



Mesures de champs de déformations élastique et totale pour la détermination du comportement mécanique local de matériaux cristallins.

Emeric Plancher

► To cite this version:

Emeric Plancher. Mesures de champs de déformations élastique et totale pour la détermination du comportement mécanique local de matériaux cristallins.. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2015. Français. NNT : 2015ENAM0056 . tel-01304771

HAL Id: tel-01304771

<https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-01304771>

Submitted on 20 Apr 2016

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'ingénieur

Doctorat ParisTech

THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité “ Mécanique – Matériaux ”

présentée et soutenue publiquement par

M. Emeric PLANCHER

le 10 décembre 2015

Mesures de champs de déformations élastique et totale pour la détermination du comportement mécanique local de matériaux cristallins

Directeur de thèse : **Mme Véronique FAVIER**

Co-encadrement de la thèse : **Mme Claire MAURICE, M. Nicolas RUPIN**

Jury

M. Michel GRÉDIAC, Professeur des universités, MMS, Institut Pascal
M. Benoît DEVINCRE, Directeur de recherche CNRS, LEM, UMR CNRS-ONERA
M. Patrick VILLECHAISE, Directeur de recherche CNRS, DPMM, Institut Pprime
M. Roland FORTUNIER, Professeur des écoles des mines, LTDS, ENISE
M. Maxime SAUZAY, Ingénieur chercheur HDR, DEN/DMN/SRMA/LC2M, CEA
Mme Véronique FAVIER, Professeur des universités, PIMM, Arts et Métiers ParisTech
Mme Claire MAURICE, Chargée de recherche CNRS, SMS, Mines Saint-Étienne
M. Nicolas RUPIN, Ingénieur chercheur, MMC, EDF R&D
M. Olivier CASTELNAU, Directeur de recherche CNRS, PIMM, Arts et Métiers ParisTech

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Examineur
Examineur
Examineur
Invité

**T
H
È
S
E**

Remerciements

Mes premières pensées vont aux personnes qui m'ont conseillé et encouragé au quotidien à EDF, à l'École d'Arts et Métiers et à l'École des mines de Saint-Étienne. Je remercie chaleureusement Claire Maurice pour son soutien depuis la fin de mon cursus ingénieur, pour ses témoignages d'amitié et la pertinence de son appui scientifique. J'adresse de sincères remerciements à Olivier Castelnau pour avoir été un instigateur du travail rapporté ici, pour m'avoir initié aux techniques de radiation synchrotron et pour son assistance lors des campagnes expérimentales à l'ESRF. Un grand merci à Véronique Favier pour avoir coordonné avec bienveillance ce travail, pour sa disponibilité et son aide précieuse dans le maniement des lois de comportement. J'ai particulièrement apprécié la qualité des échanges avec les micromécaniciens du site des Renardières, en particulier ceux de mon équipe encadrante : Nicolas Rupin et Lucie Saintoyant dont l'intérêt pour ce travail est demeuré intact malgré leur prise de responsabilité ; Dominique Loesnard dont la motivation ne faiblit pas depuis les premiers travaux de mon stage ; Élodie Bosso et Julien Stodolna dont le soutien technique et moral a été réellement apprécié. Vous avez grandement contribué par la diversité de vos compétences, votre réactivité et votre investissement quotidien au bon déroulement de ma thèse !

Je remercie Patrick Villechaise et Benoit Devincere pour les remarques pertinentes qu'ils ont formulées suite à la lecture minutieuse de ce document. Merci à Michel Grédiac pour m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de soutenance. Merci à Maxime Sauzay et Roland Fortunier d'y avoir participé. Je retiens la discussion très enrichissante qui a eu lieu lors de la séance de questions.

Je suis reconnaissant envers les partenaires du projet Microstress qui ont contribué à ce travail. Je remercie Odile Robach, qui nous a toujours réservé le meilleur accueil sur la ligne BM32 de l'ESRF, pour son aide indispensable dans la préparation, la réalisation et l'exploitation des campagnes expérimentales. Merci à Johann Petit pour avoir traité les données, acquises ensemble, avec la méthode Laue-DIC. Merci à Jean-Sébastien Micha pour son assistance dans l'utilisation du logiciel LaueTools. J'ai apprécié la présence et le support de tous à l'ESRF, parmi ceux que je n'ai pas déjà cités : Jean-Baptiste Marijon, Vincent Michel et Lam Phung. Je remercie Michel Bornert et Eva Héripré pour leur assistance dans l'utilisation du microscope optique qu'ils nous ont prêté. Merci à Joël Monnatte, Bernard Allirand et Gilles Chauve pour les échanges autour de la réalisation et de l'automatisation de la machine de flexion. Merci également à Maryline Mondon et Sergio Sao Joao pour leur accueil toujours enthousiaste dans le laboratoire de microscopie de l'École des mines.

J'adresse des remerciements amicaux à mes collègues du département MMC, avec qui j'ai pris un grand plaisir à travailler. Je remercie Olivier Dupond et Bertrand Chassignole pour leur accueil dans le groupe métallurgie, ainsi que Marc Berveiller pour avoir veillé à mon intégration dans le projet PERFORM II. Je garde un souvenir chaleureux de la vie de l'équipe microscopie au MAI.

Remerciements

Je remercie Nicolas Brynaert et Michel Mahé pour leur aide, particulièrement dans la réalisation des essais de traction. Merci également à Laurent Legras, Frédéric Delabrouille, Taka, Solène, Romain et Marie-Laure pour leurs conseils et leur bonne humeur. Je suis reconnaissant envers Agnès Daime et Véronique Bordier pour leur efficacité et leur sympathie. Je remercie Thierry Noël et François-Xavier Perrier pour leur patience et leur soin dans l'usinage des éprouvettes. Merci également à l'équipe expertise, en particulier Félix Arnoldi, Gilles Espinasse et Agnès Camps pour leur écoute et pour la réalisation des caractérisations.

Un grand merci à mes collègues du PIMM d'entretenir un véritable esprit d'équipe dans le laboratoire. Je remercie en particulier Odile Angèle et Christophe Canu pour leur support dans les tâches administratives. Merci également à Frédéric Valès pour sa convivialité et pour m'avoir formé à l'utilisation du MEB.

Ces trois années m'ont été agréables grâce au soutien renouvelé de mes amis. Merci aux anciens dont la présence est toujours un bonheur : Thomas, Adrien, Noémie, Eric, Diane, Julien, Caroline, Camille, Lætitia, Ombeline, Charles, Marielle et Jonathan. Merci à la team C24 pour les escapades, les binouzes et les Itouya improvisés : Laurie, Julien et Géraud. Un clin d'œil à ceux qui m'ont accompagné durant l'intégralité de la thèse et dans la rédaction : Ricardo et Jacqueline. Je comprends maintenant 2D10 grâce aux soirées formidables de Camille et Lenaïg. J'ai une pensée pour tous les doctorants EDF, pour Juan-Manuel, Mickaël, Kenji et Yoshiro. Je remercie affectueusement Adèle, Marylou, BP, Benjamin et Baptiste : prenez soin de l'ambiance extraordinaire du plateau MAI et allez-y mollo sur le karaoké. Un immense merci à Lucille pour son amitié et son soutien. Merci à JB pour son aide 24/24. Merci à Damien, Renaud, Sébastien et tous les doctorants PIMM pour les bons moments partagés. Je remercie la renaissance Voulxoise de m'avoir si bien accueilli, en particulier mes co-pupitres Caroline et François. Un salut chaleureux également aux musiciens de l'ex-NOAC et aux voileux de l'AALD !

Je remercie mes proches pour leurs encouragements, leur gentillesse et le réconfort inestimable qu'ils me procurent : Mamida, Tatidette, Malou, Colette, Georges, René, Ronan et Sophie. Merci infiniment à Wen de me rendre heureux au quotidien. Je remercie enfin mes parents Simone et Luc pour leurs preuves d'amour répétées et de m'avoir transmis leur curiosité.

Table des matières

Table des matières	i
Introduction	1
1 Évaluation des contraintes dans un matériau cristallin	7
1.1 Contrainte, déformation et rotation du cristal	8
1.1.1 La notion de contrainte	8
1.1.2 Cinématique du monocristal	11
1.1.3 La loi d'élasticité comme outil d'évaluation des contraintes	15
1.1.4 Choix de la transformation et définition de l'orientation du cristal	18
1.2 Mesures de déformation élastique par les méthodes de diffraction	23
1.2.1 Principe de la diffraction, clichés de points ou de bandes	23
1.2.2 Influences de la déformation du cristal sur les figures de diffraction	28
1.3 La microdiffraction Laue	30
1.3.1 Mesures absolues par la méthode conventionnelle	30
1.3.2 Mesures relatives, résolues en profondeur ou en énergie	38
1.3.3 Champs d'applications	42
1.4 L'EBSD à haute résolution angulaire	44
1.4.1 Principe et limites des mesures absolues par EBSD	44
1.4.2 Mesures relatives par HR-EBSD	47
1.4.3 Champs d'applications	52
1.5 Synthèse sur la mesure des déformations élastiques	54
2 Présentation de la démarche expérimentale	55
2.1 Présentation du matériau monocristallin	56
2.1.1 L'acier inoxydable austénitique 316L	56
2.1.2 Le monocristal de notre étude	58
2.1.3 Grandeurs mécaniques caractéristiques	62
2.1.4 Mécanismes de plasticité en déformation monotone	69
2.2 Conditions expérimentales	71
2.2.1 Avantages de l'essai de flexion quatre points	71
2.2.2 La machine de flexion in-situ du projet ANR Microstress	71
2.2.3 Préparation des éprouvettes	74
2.3 Déroulement de l'essai de validation Laue-DIC / HR-EBSD	79
2.3.1 Caractéristiques de l'éprouvette Flex1	80
2.3.2 Acquisitions in-situ en microdiffraction Laue	81

Table des matières

2.3.3	Acquisition ex-situ en HR-EBSD	83
2.4	Déroulement de l'essai in-situ avec couplage des champs	87
2.4.1	Caractéristiques de l'éprouvette Flex2	88
2.4.2	Dépôts de mouchetis pour la corrélation d'images	89
2.4.3	Déroulement des acquisitions in-situ	91
2.5	Bilan de la démarche expérimentale	97
3	Justesse des mesures de déformation élastique en présence de plasticité	99
3.1	Contexte et intérêt de l'étude	100
3.2	Création du profil de déformation élastique résiduelle	101
3.2.1	Rappels sur le déroulement de l'essai Flex1	101
3.2.2	Évolution du profil de déformation élastique en charge	101
3.2.3	Validation qualitative et représentativité des résultats	107
3.2.4	Cohérence des mesures avec le comportement en traction	113
3.3	Justesse des mesures HR-EBSD et Laue-DIC	117
3.3.1	Calcul de la justesse des mesures	117
3.3.2	Identification par HR-EBSD des plans de glissement activés	120
3.4	Conclusion	131
4	Identification d'une loi de comportement à l'échelle locale	133
4.1	Modèle de plasticité cristalline et identification	134
4.1.1	Présentation de la loi de comportement	135
4.1.2	Stratégies d'identification	137
4.2	Évaluation du comportement expérimental local	140
4.2.1	Rappels sur le déroulement de l'essai Flex2	140
4.2.2	Profil de déformations élastiques déviatoriques	141
4.2.3	Profil de déformations totales	148
4.2.4	Méthode de couplage des champs	151
4.2.5	Observation du comportement expérimental local	154
4.3	Identification des paramètres	158
4.3.1	Sélection des paramètres	158
4.3.2	Identification sur le comportement expérimental local	160
4.3.3	Validation sur la réponse macroscopique en traction	162
4.4	Conclusion	163
	Conclusions et perspectives	165
A	Définition des termes de métrologie utilisés pour qualifier les mesures	169
A.1	Définitions tirées du vocabulaire international de métrologie	170
A.2	Modèle de mesure adopté et définition des erreurs	170
A.3	Acception des termes "justesse" et "fidélité" dans le manuscrit	171
B	Plans de découpe du monocristal	173
B.1	Plan de découpe du monocristal M	174
B.2	Forme et cotes des éprouvettes de traction in-situ	175

C	Modèle analytique de poutre en flexion	177
C.1	Présentation du modèle	178
C.1.1	Présentation des grandeurs influentes	178
C.1.2	Hypothèses du modèle	179
C.1.3	Loi de comportement élasto-plastique	180
C.1.4	Condition au franchissement de la limite d'élasticité	181
C.2	Relations entre le moment de flexion et le rayon de courbure	182
C.2.1	Expression analytique de M fonction de R	182
C.2.2	Résolution de la relation R fonction de M	183
C.3	Lien avec les grandeurs macroscopiques force et déplacement	184
C.3.1	Expression de $M(y)$ en fonction de l'effort global F	184
C.3.2	Expression du déplacement de la fibre neutre	185
C.4	Fonctionnement du modèle	186
C.4.1	Comportement local entre M et R	186
C.4.2	Comportement macroscopique	186
C.4.3	Profils de déformations élastiques	188
C.5	Calcul de l'état de déformations résiduelles	188
D	Imagerie de dislocations par la technique ECCI	191
D.1	Principes de la technique ECCI	192
D.2	Contrôle des conditions de diffraction dans le MEB	193
D.3	Conditions d'imagerie et validation des contrastes	195
	Bibliographie	197

Table des matières

Introduction

Projets PERFORM à EDF : la micromécanique en appui à l'exploitation des réacteurs nucléaires à eau pressurisée

Les aciers inoxydables austénitiques sont largement présents dans les réacteurs nucléaires à eau pressurisée. Ils sont utilisés pour fabriquer les structures internes, situées dans le cœur du réacteur, et jouent à ce titre un rôle important comme barrière physique de sûreté. Une connaissance fine du comportement de ces matériaux est capitale pour garantir une exploitation sûre de la centrale. En particulier, les mécanismes d'endommagement et de rupture doivent être anticipés, afin de justifier de la tenue mécanique des composants du réacteur et pour planifier les opérations de maintenance. Les cas de rupture ou d'endommagement, observés sur le parc nucléaire mondial, sont généralement attribués à des phénomènes multi-physiques [1]. Dans le développement de ces phénomènes (e.g. la corrosion sous contrainte, assistée ou non par l'irradiation), la sollicitation mécanique locale, à l'échelle de la microstructure, est un facteur déterminant.

Dans la microstructure, la présence de différents éléments (grains, joints de grains), associée au comportement anisotrope du cristal, provoque une hétérogénéité dans le développement des champs mécaniques. Cette hétérogénéité localise la déformation (et/ou la contrainte) dans des lieux qui deviennent critiques pour l'amorçage et la propagation de défauts (cf. figure I).

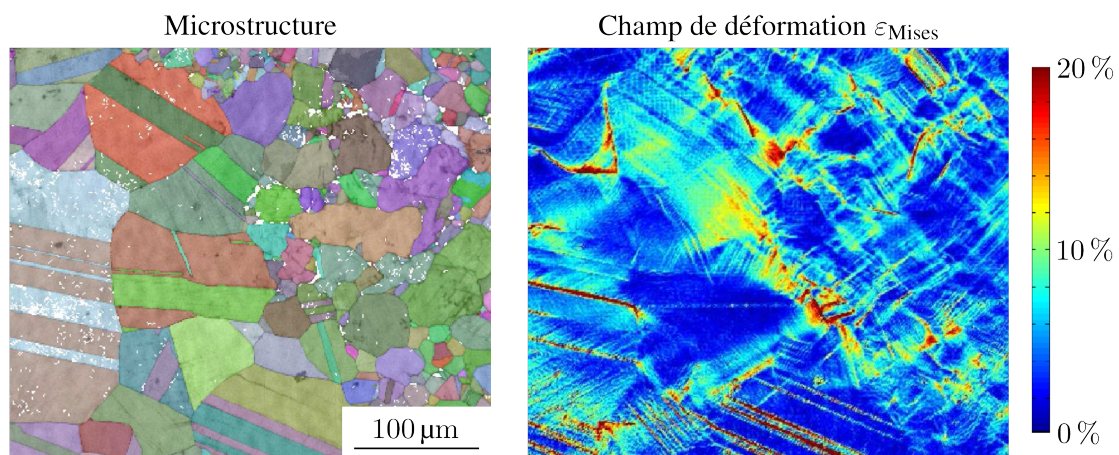


FIGURE I – Localisation de la déformation avec le chargement dans un alliage TiAl, en lien avec la microstructure, révélée par corrélation d'images numériques [2]. La déformation macroscopique de l'éprouvette est de 6 % associée à une sollicitation en compression.

Une stratégie pour modéliser le phénomène de localisation de la déformation consiste à réaliser

des simulations en champ complet, à l'aide de modèles de plasticité cristalline basés sur une formulation éléments finis [3]. Ces modèles permettent de décrire des microstructures sophistiquées et de prédire des états de chargement complexes. En outre, ils tiennent compte naturellement de l'anisotropie associée à l'écoulement plastique du cristal, qui découle du mouvement des dislocations sur les systèmes de glissement.

Afin d'approcher au mieux la réponse mécanique du cristal à l'échelle du micron, les modèles éléments finis tendent à intégrer des lois de comportement qui décrivent explicitement la physique des mécanismes plastiques. Ces lois à paramètres physiques proviennent d'approches multi-échelles et s'inspirent généralement des résultats de calculs en dynamique des dislocations. Dans ce manuscrit est étudiée une formulation monocristalline viscoplastique à seuil, intégrant comme variables les densités de dislocations par système de glissement. Cette loi est utilisée à EDF pour rendre compte du comportement des aciers austénitiques. Elle a été développée dans le cadre de PERFORM 60 [4], un projet européen qui fédère les acteurs européens du nucléaire, autour de la simulation multi-échelle et multi-physique des effets de l'irradiation sur le comportement des composantes du cœur du réacteur.

En raffinant la description du comportement cristallin, les lois à base physique font appel à un grand nombre de paramètres. Ces derniers sont généralement calibrés par une observation expérimentale spécifique ou par des résultats de calcul en dynamique des dislocations. Cependant, plusieurs paramètres d'écrouissage et des grandeurs physiques (e.g. la friction de réseau) restent difficilement accessibles et doivent être identifiés indirectement sur la réponse mécanique du matériau.

Identification du comportement local

Lorsque l'identification est réalisée sur le comportement macroscopique du polycristal, le problème par approche inverse est mal posé : une large gamme de comportements locaux est compatible avec la réponse macroscopique observée. Pour lever cette ambiguïté, certains travaux [5, 6, 2, 7] proposent de tenir compte d'une mesure expérimentale des champs cinématiques locaux pour identifier la loi de plasticité cristalline. Les champs cinématiques apportent en effet une information riche sur l'hétérogénéité de la déformation à l'échelle de la microstructure. Cette approche nécessite de comparer les résultats de calculs en champs complets aux données expérimentales. À EDF, la méthode sélectionnée parmi les techniques disponibles [8, 9] est le recalage de modèle éléments finis (FEMU) à partir de mesures de champ par corrélation d'images numériques (CIN).

La FEMU à partir de mesures CIN est une approche mixte entre des grandeurs macroscopiques et locales, utilisée pour identifier un comportement strictement local (cf. figure II). Cette approche mixte est nécessaire car le champ cinématique n'est pas suffisant pour fixer seul le comportement, lorsque l'état de contrainte associé est inconnu. Il est impératif d'inclure l'effort macroscopique dans la fonction de minimisation [7]. La mise en œuvre du modèle éléments finis est un moyen de parer à l'absence de mesure du champ de contraintes. Ce champ est en effet déterminé implicitement par le modèle qui réalise, à l'aide des hypothèses de modélisation, la transition d'échelle à partir de l'effort macroscopique.

La mise en œuvre du modèle éléments finis est une source d'erreur pour l'identification. Les hypothèses de modélisation, en particulier la représentation de la microstructure, déterminent la forme des champs calculés qui sont ensuite comparés aux champs expérimentaux [2]. Le coût numérique généré par l'utilisation d'une loi de plasticité cristalline est particulièrement important

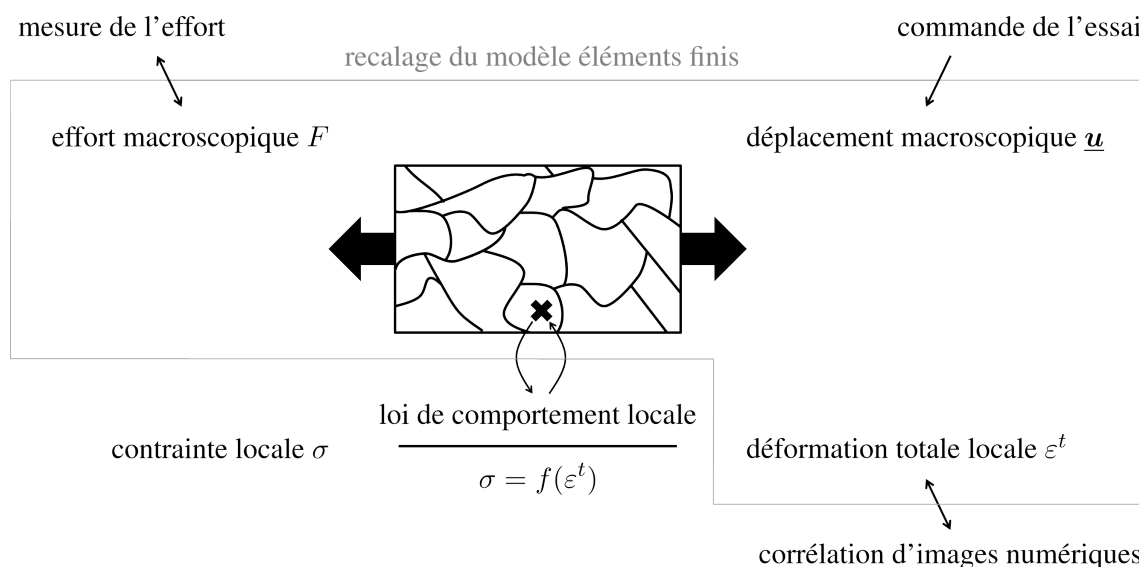


FIGURE II – Représentation schématique des grandeurs en présence dans un essai mécanique sur un polycristal (e.g. d'acier inoxydable austénitique).

dans le cadre d'une procédure de recalage. Il oblige souvent à simplifier le modèle (2D [5, 6, 7] ou 3D sur un maillage cubique [2]), ce qui rentre en conflit avec la volonté de modéliser au plus juste la microstructure et les conditions aux limites de l'essai expérimental. La finesse de la description du comportement cristallin peut se retrouver dégradée par une représentation grossière ou partielle de la structure étudiée. En raison des erreurs de modèle, il est difficile actuellement d'obtenir un jeu de paramètres qui permette de décrire de manière optimale simultanément les champs locaux et la réponse macroscopique du matériau [7].

Une approche alternative de l'identification est explorée dans ce manuscrit. Cette approche part du constat que l'état local de contrainte, absent des stratégies de la littérature, est pourtant une grandeur clé (cf. figure II). Son absence s'explique principalement par le manque historique de techniques expérimentales fiables, permettant d'obtenir une évaluation quantitative des contraintes à l'échelle de la microstructure. La connaissance de la contrainte σ ouvre en effet la perspective d'étudier directement le comportement local en couplant cette information avec la mesure de la déformation totale ε^t . Une observation expérimentale du comportement, à l'échelle où la loi de plasticité cristalline est utilisée, semble être une donnée pertinente pour réaliser l'identification, sans utiliser un modèle éléments finis. Cette approche purement locale est employée dans notre travail.

ANR Microstress : évaluer expérimentalement les contraintes locales

Aujourd'hui, l'état de contrainte à l'échelle du micron peut être évalué par des mesures locales de déformation élastique. Deux techniques de mesure, adaptées pour l'étude du comportement cristallin intragranulaire, sont développées au sein du projet ANR Microstress [10] dans lequel s'inscrit cette étude : la microdiffraction Laue et l'EBSD (electron backscatter diffraction) à haute résolution angulaire (HR-EBSD). Ces techniques, basées sur le phénomène de diffraction, émergent depuis une décennie. Dans des conditions optimales, elles permettent de mesurer la dé-

formation élastique avec une résolution suffisante pour étudier le comportement ($\sim 0,01\%$). De plus, leur résolution spatiale en surface est inférieure au micron, ce qui rend possible une mesure intragranulaire dans la plupart des polycristaux.

Parmi les techniques disponibles [11], l'HR-EBSD et la microdiffraction Laue sont sélectionnées car elles sont capables de mesurer rapidement, en un grand nombre de points, cinq des six composantes du tenseur des déformations élastiques. Ces techniques sont mises en œuvre en surface d'échantillons massifs, dans des conditions expérimentales qui permettent d'associer la mesure à un essai mécanique in-situ. La microdiffraction Laue et l'HR-EBSD sont complémentaires en terme d'accessibilité (rayonnement synchrotron vs. microscopie électronique de laboratoire), de résolution spatiale (dizaines vs. centaines de nanomètres) et du niveau d'exigence sur la qualité de la surface observée.

La confiance accordée aux mesures de déformation élastique dans les matériaux métalliques n'est toutefois pas totale. Des niveaux de contrainte locale de l'ordre de 500 MPa ont été rapportés en HR-EBSD [12] et en microdiffraction Laue [13], dans du cuivre dont la limite d'élasticité macroscopique est inférieure à 70 MPa. Le sens physique de ces valeurs n'est pas établi, comme en témoigne le doute exprimé par [14] au sujet du travail [13]. Il a été démontré par ailleurs que les mesures de déformation élastique sont sensibles à de nombreux artefacts expérimentaux provenant par exemple des gradients de rotation dans l'échantillon [15] ou de défauts dans la calibration de la géométrie de la diffraction [16, 17]. Dans ce travail, une attention particulière sera portée à la validation des mesures de déformation élastique, afin de s'assurer que les conditions expérimentales utilisées permettent d'obtenir une évaluation juste et fidèle de l'état de contrainte, dans un matériau métallique au comportement élasto-plastique.

Démarche de l'étude

Ce manuscrit présente une méthode originale pour identifier des paramètres de lois de plasticité cristalline, basée sur l'observation expérimentale du comportement à l'échelle du micron. Elle s'appuie sur le développement des techniques de microdiffraction Laue et d'HR-EBSD afin d'évaluer l'état local de contrainte. Cette information, couplée à une mesure de déformation totale par corrélation d'images numériques, doit théoriquement permettre d'observer directement, à l'échelle de la microstructure, le comportement du cristal.

Pour démontrer la faisabilité d'une telle démarche, trois problématiques sont traitées dans notre travail, pour de faibles déformations totales $\varepsilon^t < 0,5\%$, dans un acier austénitique :

- Premièrement, la justesse des mesures de déformation élastique est quantifiée par un essai de validation croisé entre HR-EBSD et microdiffraction Laue. Le sens physique des contraintes évaluées par ces techniques est ainsi démontré.
- Une configuration expérimentale permettant l'observation simultanée des champs de déformation élastique et de déformation totale est ensuite employée pour obtenir σ et ε^t à des échelles comparables. Ces grandeurs sont exploitées puis couplées afin d'étudier le comportement local du cristal.
- Enfin, les paramètres d'une loi de plasticité à base physique sont identifiés à partir du comportement expérimental observé.

Par soucis de simplification, notre étude est menée sur des éprouvettes monocristallines dont le comportement local est homogène. Celui-ci est également proche du comportement déterminé à l'échelle macroscopique de manière conventionnelle, ce qui facilite les procédures de validation

de la méthode explorée ici. Les éprouvettes sont sollicitées en flexion quatre points, dans une orientation cristalline symétrique, de manière à observer un champ de déformation hétérogène suivant une seule direction. Ce mode de sollicitation permet également de conserver un état de contrainte nulle au centre de l'éprouvette nécessaire à la réalisation de l'étude de validation croisée.

Deux essais in-situ ont été réalisés sur la ligne CEA-CNRS BM32 au synchrotron européen ESRF sur des éprouvettes similaires. Lors du premier essai (Flex1) seul le champ de déformation élastique a été observé par microdiffraction Laue avec un objectif double : d'une part s'assurer de la cohérence des mesures avec le comportement macroscopique connu du matériau et d'autre part pouvoir quantifier la justesse des mesures en répétant l'acquisition par HR-EBSD. L'interprétation des résultats HR-EBSD a par ailleurs débouché sur la caractérisation des plans de glissement dont le comportement est représenté par la loi de plasticité cristalline. Lors du second essai (Flex2), le champ de déformation totale obtenu par corrélation d'images a été mesuré conjointement au champ de déformation élastique. Le couplage des deux jeux de données est utilisé pour observer le comportement local du cristal puis identifier la loi de plasticité cristalline.

Plan du manuscrit

Le chapitre 1 rappelle le formalisme qui permet d'évaluer l'état de contrainte à partir de mesures de déformation élastique. Il introduit également les principes physiques qui expliquent pourquoi l'effet des déformations élastiques est observable sur les figures de diffraction obtenues en microscopie électronique ou par rayonnement X polychromatique. Les spécificités des techniques de microdiffraction Laue et d'HR-EBSD sont présentées.

Le chapitre 2 rassemble les caractéristiques de l'acier austénitique étudié et le détail du déroulement des essais de flexion. Le travail de développement expérimental permettant d'aboutir à la réalisation des essais in-situ (préparation des échantillons, nouvelle instrumentation et adaptation des méthodes d'acquisition) y est exposé.

Dans le chapitre 3, une procédure originale permettant d'estimer la justesse des mesures de déformation élastique dans un matériau déformé plastiquement est mise en œuvre. Cette procédure est basée sur la comparaison des mesures par microdiffraction Laue et HR-EBSD d'un même profil de déformation élastique. Par ailleurs, il est montré que l'HR-EBSD peut être utilisé pour caractériser les mécanismes activés par le glissement plastique.

L'observation du comportement local est présenté dans le chapitre 4. Ce comportement expérimental est obtenu en couplant les mesures des champs de déformation élastique et de déformation totale. Il est utilisé pour identifier deux paramètres d'une loi de plasticité cristalline à base physique. La loi identifiée est validée sur la réponse de deux essais de traction indépendants.

Chapitre 1

Évaluation des contraintes dans un matériau cristallin

Ce chapitre vise à introduire le principe d'évaluation des contraintes intragranulaires dans les polycristaux et à présenter deux techniques de mesure des déformations élastiques : la microdiffraction Laue et l'EBSD à haute résolution angulaire (HR-EBSD). Les notions de contrainte et de déformation totale, plastique et élastique sont abordées, ainsi que le principe des techniques de diffraction. Pour terminer, la microdiffraction Laue et l'HR-EBSD sont présentés dans leur spécificité.

Sommaire

1.1	Contrainte, déformation et rotation du cristal	8
1.1.1	La notion de contrainte	8
1.1.2	Cinématique du monocristal	11
1.1.3	La loi d'élasticité comme outil d'évaluation des contraintes	15
1.1.4	Choix de la transformation et définition de l'orientation du cristal	18
1.2	Mesures de déformation élastique par les méthodes de diffraction	23
1.2.1	Principe de la diffraction, clichés de points ou de bandes	23
1.2.2	Influences de la déformation du cristal sur les figures de diffraction	28
1.3	La microdiffraction Laue	30
1.3.1	Mesures absolues par la méthode conventionnelle	30
1.3.2	Mesures relatives, résolues en profondeur ou en énergie	38
1.3.3	Champs d'applications	42
1.4	L'EBSD à haute résolution angulaire	44
1.4.1	Principe et limites des mesures absolues par EBSD	44
1.4.2	Mesures relatives par HR-EBSD	47
1.4.3	Champs d'applications	52
1.5	Synthèse sur la mesure des déformations élastiques	54

Avant propos

La première section de ce chapitre rappelle comment la loi d'élasticité permet de calculer l'état de contrainte à partir de la déformation élastique du cristal. Un formalisme de grandes transformations est utilisé, afin de mettre en évidence différentes définitions rencontrées pour les notions de rotation et de déformation élastique. Ces différences sont présentes dans certaines variantes des techniques HR-EBSD et microdiffraction Laue. Elles n'impactent cependant pas les résultats rapportés dans ce manuscrit car les transformations mécaniques observées restent infinitésimales. Le formalisme plus simple des petites transformations lui sera substitué dans les chapitres suivants.

Dans la deuxième section, les principes physiques de la formation des figures de diffraction sont illustrés en microscopie électronique et pour un rayonnement X polychromatique. L'influence des déformations élastiques et plastiques sur ces figures est ensuite discutée. Il est rappelé pourquoi les techniques HR-EBSD et de microdiffraction Laue sont capables de mesurer la partie déviatorique des déformations élastiques mais sont insensibles à la partie hydrostatique.

Les deux dernières sections sont dédiées à la présentation des techniques de microdiffraction Laue et HR-EBSD. La capacité des techniques à réaliser une mesure absolue (par rapport à un cristal imaginaire non contraint) ou relative (par rapport à un autre point du même grain) est soulignée. Les performances des techniques en termes de résolution spatiale, justesse et fidélité des mesures¹ sont rappelées. Les travaux de la littérature visant l'étude du comportement mécanique local à l'aide des techniques HR-EBSD et de microdiffraction Laue sont ensuite synthétisés.

1.1 Contrainte, déformation et rotation du cristal

Les contraintes, comme les forces, ne sont pas des grandeurs directement mesurables. Elles sont en réalité évaluées à partir d'une mesure des déformations élastiques du matériau. Dans cette section les notions de contrainte, de déformation élastique et de rotation du cristal sont introduites. En particulier, la loi d'élasticité permettant d'évaluer les contraintes en connaissant précisément les déformations élastiques et l'orientation du cristal associée, est rappelée. Les notations utilisées ainsi qu'une partie importante des notions exposées ici sont tirées de la référence [18].

1.1.1 La notion de contrainte

La notion de contrainte est introduite en mécanique des milieux continus pour caractériser le chargement imposé à la surface d'un solide, ou à la frontière d'un élément de volume de ce solide. Il est alors nécessaire de décrire la transmission d'un effort réparti sur une surface complexe. Comme l'illustre la figure 1.1, l'effort distribué sur une surface élémentaire ∂S peut être représenté par un vecteur densité surfacique de force \underline{t} . A priori $\underline{t} = \underline{t}(\partial S)$, le vecteur dépend de toutes les caractéristiques de la surface, telle que sa courbure locale.

1.1.1.1 Tenseur des contraintes de Cauchy

Le postulat de Cauchy permet de simplifier la dépendance du vecteur \underline{t} aux caractéristiques de la surface et conduit à la théorie conventionnelle du premier gradient. D'après Cauchy, le vecteur \underline{t} n'est en relation qu'avec l'orientation de la normale \underline{n} à la surface ∂S tel que : $\underline{t} = \underline{t}(\underline{n})$ (cf. figure 1.1). En particulier, la courbure de la surface ∂S est négligée.

1. La définition et le sens des termes *justesse* et *fidélité* sont donnés en annexe A

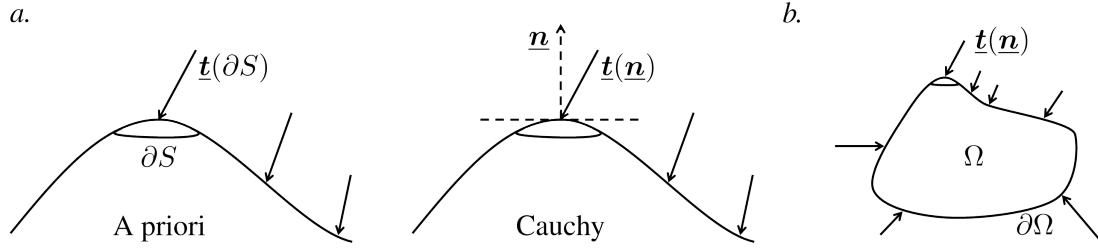


FIGURE 1.1 – *a.* Illustration de la relation entre le vecteur densité surfacique de force \underline{t} et la normale \underline{n} à la surface ∂S suivant le postulat de Cauchy. *b.* Schéma de principe illustrant les hypothèses supposées pour écrire les équations de bilan de quantité de mouvement.

Considérons maintenant le volume de matière Ω délimité par sa frontière $\partial\Omega$. Sur $\partial\Omega$ s'appliquent des efforts surfaciques \underline{t} . Lorsque $\partial\Omega$ est une frontière abstraite à l'intérieur du matériau, les efforts surfaciques symbolisent les efforts de cohésion de la matière (e.g. liaisons interatomiques dans un cristal). Le volume Ω possède une masse volumique ρ , un champ d'accélération massique \underline{a} et chaque volume élémentaire est soumis à une densité massique de force à distance \underline{f} . Le bilan de quantité de mouvement sur Ω à un instant s'écrit :

$$\int_{\partial\Omega} \underline{t}(\underline{n}) ds = \int_{\Omega} \rho(\underline{a} - \underline{f}) dv \quad (1.1)$$

Dans l'équation (1.1), l'intégrale de contour du membre de gauche est réductible à une intégrale de volume en appliquant le théorème de la divergence. Selon ce théorème, $\underline{t}(\underline{n})$ peut s'exprimer comme la combinaison linéaire d'un tenseur $\underline{\sigma}$ d'ordre 2 avec la normale \underline{n} à la surface ∂S : $\underline{t}(\underline{n}) = \underline{\sigma} \cdot \underline{n}$. L'existence et l'unicité de $\underline{\sigma}$ découlent du postulat de Cauchy et on peut maintenant écrire :

$$\int_{\partial\Omega} \underline{t}(\underline{n}) ds = \int_{\partial\Omega} \underline{\sigma} \cdot \underline{n} ds = \int_{\Omega} \text{div } \underline{\sigma} dv \quad (1.2)$$

$\underline{\sigma}$ est le tenseur des contraintes de Cauchy. Il synthétise l'information sur les efforts surfaciques qui s'exercent physiquement en un point de la matière sur chaque facette élémentaire associée à une direction de l'espace. $\underline{\sigma}$ permet d'associer à une facette de normale \underline{n} l'effort surfacique réel \underline{t} qui s'y applique.

Comme l'illustre la figure 1.2, on distingue les contraintes de traction/compression \underline{t}_n normales à la surface élémentaire et les efforts tangentiels ou contraintes de cisaillement, \underline{t}_t . Dans le repère orthonormé $(\underline{x}, \underline{y}, \underline{z})$, $\underline{\sigma}$ s'exprime sous la forme d'une matrice $[\underline{\sigma}]$. Les termes diagonaux de $[\underline{\sigma}]$ représentent des contraintes de traction/compression sur les facettes perpendiculaires aux axes du repère. Les termes hors diagonale sont les composantes de cisaillement dans ce repère.

Le tenseur de Cauchy est généralement symétrique, $\underline{\sigma}^T = \underline{\sigma}$, à l'exception des cas où les forces à distance imposent localement des couples dans le matériau (magnétisme). Pour le solide à l'équilibre de la figure 1.2, le bilan des moments au point O donne effectivement $\sigma_{xy} = \sigma_{yx}$. Dans le cadre des évolutions quasi-statiques, où les effets d'inertie sont négligeables, en l'absence de forces à distance, la combinaison des équations (1.1) et (1.2) donne :

$$\int_{\Omega} \text{div } \underline{\sigma} dv = 0 \quad (1.3)$$

Cette relation devant être vérifiée en tout point du volume, l'équilibre local des forces est respecté lorsque $\text{div } \underline{\sigma} = 0$. L'équilibre local des moments impose le caractère symétrique de $\underline{\sigma}$.

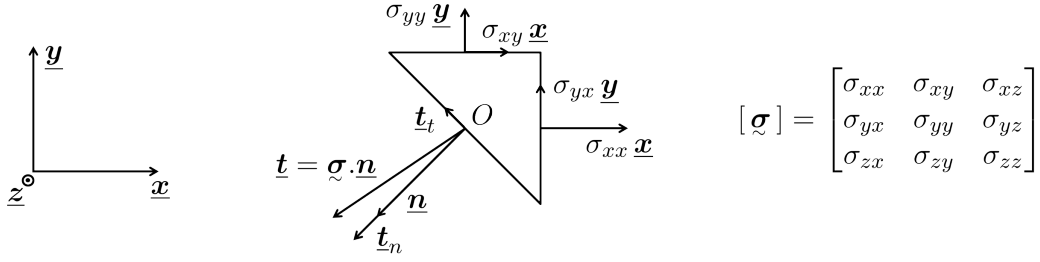


FIGURE 1.2 – Illustration dans le plan xy des composantes du tenseur $\underline{\sigma}$ sur un élément de volume.

1.1.1.2 Partie déviatorique du tenseur des contraintes

Il est possible de décomposer $\underline{\sigma}$ en une partie hydrostatique $\underline{\sigma}_{hydro}$ et une partie déviatorique $\underline{\sigma}^*$ de la manière suivante :

$$\underline{\sigma} = \underline{\sigma}_{hydro} + \underline{\sigma}^* \quad \text{avec} \quad \underline{\sigma}_{hydro} = \frac{1}{3} \text{trace}(\underline{\sigma}) \underline{I} \quad \text{où} \quad \underline{I} \text{ est le tenseur identité} \quad (1.4)$$

Seule la partie déviatorique $\underline{\sigma}^*$ induit un changement de forme du matériau (cf. figure 1.3). En première approximation, la déformation plastique des cristaux est pilotée par $\underline{\sigma}^*$. Ainsi les fonctions critère simples de plasticité (von Mises, Tresca) sont établies seulement sur la partie déviatorique du tenseur [19]. Dans le cas des solides incompressibles, le matériau se déforme de la même manière quel que soit l'état de contrainte hydrostatique².

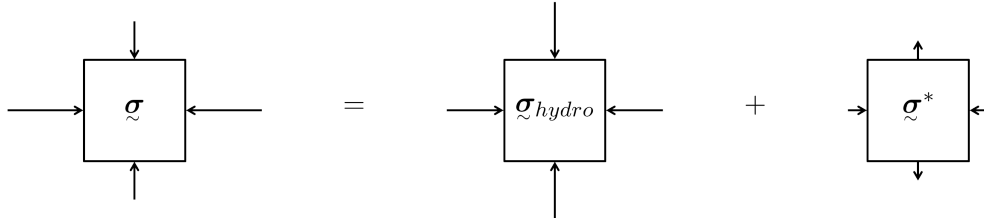


FIGURE 1.3 – Décomposition d'un état de contrainte en sa partie hydrostatatique et déviatorique. La partie déviatorique est responsable du changement de forme du matériau incompressible.

1.1.1.3 État de contraintes planes

Sur une surface libre du matériau (interface air/matière), aucun effort surfacique n'est exercé et donc $\underline{t} = 0$. Comme en quasi-statique le vecteur \underline{t} est continu à travers la surface [18], côté matériau on a toujours $\underline{t} = \underline{\sigma} \cdot \underline{n}$, donc la relation suivante est vérifiée :

$$\underline{\sigma} \cdot \underline{n} = 0 \quad \text{sur une surface libre} \quad (1.5)$$

2. Les techniques d'évaluation des contraintes présentées dans ce manuscrit permettent d'obtenir $\underline{\sigma}^*$ mais pas forcément $\underline{\sigma}_{hydro}$. La partie hydrostatatique du tenseur contrainte peut avoir une influence forte sur le comportement mécanique du matériau incompressible, par exemple en cas d'endommagement ou lorsque le comportement est dissymétrique entre traction et compression. Cependant, $\underline{\sigma}^*$ reste l'information prépondérante dont il faut disposer lorsqu'on s'intéresse à la déformation d'un cristal.

La relation (1.5) impose des conditions sur trois des six composantes indépendantes de $\underline{\sigma}$. On parle alors d'état de contraintes planes car les composantes non nulles du tenseur sont contenues dans le plan défini par la normale à la surface³.

1.1.2 Cinématique du monocristal

Sous l'action des efforts surfaciques appliqués sur son contour, un volume de matière se déplace et se déforme au cours du temps. Son mouvement est étudié dans le cadre de la cinématique. Cette discipline introduit en particulier le concept de mesure de déformation et donne une définition de la notion de rotation du volume de matière considéré.

Les cristaux se déforment suivant différents mécanismes qui conduisent à distinguer la déformation plastique et la déformation élastique. Le comportement de cristaux est en outre fortement anisotrope (dépendant de directions spécifiques dans la matière). L'évolution des directions cristallographiques définit la notion de rotation du cristal. Cette rotation est dans le cas général distincte de la rotation globale de l'élément de volume.

1.1.2.1 Gradient de la transformation

Considérons un volume de matière qui se déforme au cours du temps selon le schéma de la figure 1.4. Au temps $t = 0$, le solide est dans une configuration de référence notée Ω_0 . Un point matériel M occupe dans Ω_0 une position \underline{X} . À l'instant t , le solide est dans la configuration Ω et le point M se trouve positionné en \underline{x} . Dans une description lagrangienne du mouvement, on définit la transformation Φ telle que :

$$\underline{x}(t) = \Phi(\underline{X}, t) \quad (1.6)$$

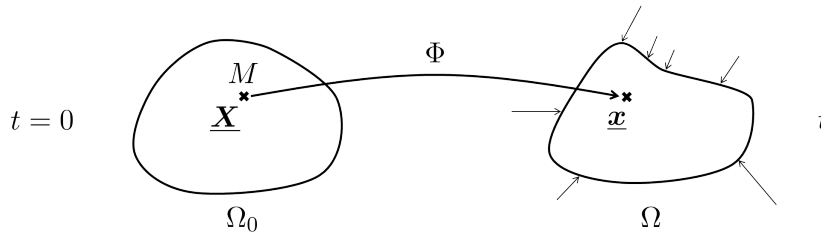


FIGURE 1.4 – Schéma de principe de la transformation d'un corps matériel entre une configuration de référence Ω_0 et la configuration courante Ω .

D'un point de vue expérimental, on observe généralement le déplacement \underline{u} du point M entre les configurations Ω_0 et Ω , avec \underline{u} tel que

$$\underline{x}(t) = \underline{X} + \underline{u}(\underline{X}, t) \quad (1.7)$$

3. Supposer un état de contraintes planes est un moyen de reconstruire $\underline{\sigma}$ en connaissant expérimentalement $\underline{\sigma}^*$. Cette hypothèse est uniquement vérifiée à l'interface air/matière. En particulier rien ne garantit a priori l'absence d'un fort gradient de contrainte sous la surface. Comme les techniques expérimentales sondent la matière sur une profondeur limitée, il faut s'assurer que le gradient de contrainte dans le volume d'analyse est faible pour pouvoir appliquer l'hypothèse de contraintes planes aux données expérimentales.

Afin d'étudier l'évolution Φ autour du point M , on utilise $\underline{\tilde{F}}$ le gradient de la transformation défini par :

$$d\underline{x} = \underline{\tilde{F}} \cdot d\underline{X} \quad \text{avec} \quad \underline{\tilde{F}} = \frac{\partial \underline{x}}{\partial \underline{X}} \quad (1.8)$$

Le tenseur $\underline{\tilde{F}}$ s'exprime en fonction du déplacement \underline{u} et du tenseur identité $\underline{\tilde{I}}$ de la manière suivante :

$$\underline{\tilde{F}} = \underline{\tilde{I}} + \frac{\partial \underline{u}}{\partial \underline{X}} = \underline{\tilde{I}} + \text{Grad } \underline{u} \quad (1.9)$$

On montre que le tenseur gradient de la transformation existe dans tout le corps matériel continu. En outre, $\underline{\tilde{F}}$ est inversible car

$$J = \det \underline{\tilde{F}} > 0 \quad (1.10)$$

1.1.2.2 Décomposition polaire et tenseurs de déformation

Une interprétation physique de l'action du gradient de la transformation sur un élément de volume découle du théorème de décomposition polaire. Comme $\underline{\tilde{F}}$ est inversible, il existe un tenseur symétrique défini positif $\underline{\tilde{U}}$ et un tenseur orthogonal $\underline{\tilde{R}}$ tels que

$$\underline{\tilde{F}} = \underline{\tilde{R}} \cdot \underline{\tilde{U}} \quad \text{avec} \quad \underline{\tilde{R}}^T = \underline{\tilde{R}}^{-1} \quad \text{et} \quad \underline{\tilde{U}}^T = \underline{\tilde{U}} \quad (1.11)$$

$\underline{\tilde{U}}$ est le tenseur droit de déformation pure et en considérant (1.10) on montre que :

$$\det \underline{\tilde{R}} = +1 \quad (1.12)$$

Le tenseur $\underline{\tilde{R}}$ représente alors une rotation pure. Appliqué à un élément de volume, il lui fera subir une rotation de corps rigide comme illustré par la figure 1.5. L'information sur la manière dont s'est déformé le solide se retrouve donc concentré dans $\underline{\tilde{U}}$, le tenseur des déformations pures droit. En particulier, les directions propres de $\underline{\tilde{U}}$ coïncident avec les directions principales de la déformation.

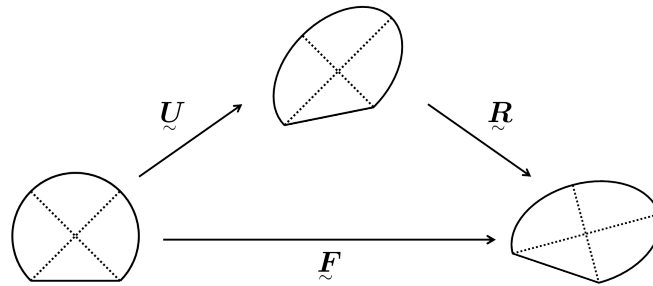


FIGURE 1.5 – Décomposition polaire du tenseur gradient de la transformation. Le solide se déforme suivant les directions propres du tenseur des déformations pures, en pointillé sur la figure.

À partir de $\underline{\tilde{U}}$, on définit un ensemble de tenseurs qui permettent de quantifier l'intensité et la direction de la déformation du volume de matière. Le tenseur de déformation le plus utilisé dans l'étude des matériaux métalliques est celui de Green-Lagrange $\underline{\tilde{E}}$:

$$\underline{\tilde{E}} = \frac{1}{2}(\underline{\tilde{U}}^2 - \underline{\tilde{I}}) \quad \text{ou} \quad \underline{\tilde{E}} = \frac{1}{2}(\underline{\tilde{F}}^T \cdot \underline{\tilde{F}} - \underline{\tilde{I}}) \quad (1.13)$$

\underline{E} est symétrique et sans dimension physique, il est nul lorsque le solide est uniquement soumis à un mouvement de corps rigide et lorsque $\underline{F} = \underline{I}$. On peut l'exprimer directement en fonction du gradient des déplacements $\underline{H} = \text{Grad } \underline{u}$:

$$\underline{E} = \frac{1}{2}(\underline{H} + \underline{H}^T + \underline{H}^T \cdot \underline{H}) \quad (1.14)$$

Lorsque la déformation représentée par le tenseur fait peu évoluer la forme du volume de matière (déformation infinitésimale) ou en présence de transformation infinitésimale ($\|\underline{H}\| \ll 1$), il est possible de négliger le terme quadratique $\underline{H}^T \cdot \underline{H}$ devant \underline{H} . Dans ces deux cas, \underline{E} est équivalent au tenseur des déformations linéarisées $\underline{\varepsilon}$ donné par :

$$\underline{\varepsilon} = \frac{1}{2}(\underline{H} + \underline{H}^T) \quad \text{avec} \quad \underline{E} \simeq \underline{\varepsilon} \quad \text{si} \quad \|\underline{E}\|^2 \ll \|\underline{E}\| \quad (1.15)$$

1.1.2.3 Transformation élastique et transformation plastique

Différents phénomènes physiques permettent aux solides cristallins de se déformer. À l'aide des processus élastiques, le cristal se transforme de manière réversible. Lorsque les efforts extérieurs à l'origine d'une transformation élastique sont supprimés, le corps matériel retrouve alors sa configuration d'origine. À l'inverse, les processus plastiques produisent des déformations persistantes, qui subsistent après l'arrêt du chargement.

Dans la réalité, les processus élastiques et plastiques se déroulent simultanément. Néanmoins, d'un point de vue théorique, il est plus aisé de représenter une transformation quelconque \underline{F}_t comme la succession imaginaire d'une transformation plastique \underline{F}_p et d'une transformation élastique \underline{F}_e . Dans cette représentation, \underline{F}_t est la transformation totale telle que :

$$\underline{F}_t = \underline{F}_e \cdot \underline{F}_p \quad (1.16)$$

Le schéma de cette décomposition est présenté en figure 1.6. La transformation plastique \underline{F}_p conduit le cristal vers une configuration intermédiaire relâchée. Dans cette configuration, le volume de matière n'est soumis à aucun effort extérieur, ce qui garantit un état de déformation élastique nul. Cette configuration relâchée est définie à une rotation près mais on sélectionne généralement la configuration relâchée isocline [20]. La configuration isocline conserve l'orientation cristallographique de la configuration de référence. Ce choix permet, par exemple, d'exprimer simplement \underline{F}_p en fonction du mouvement des dislocations, puisque dans la décomposition (1.16) l'orientation des systèmes de glissement demeure invariante au cours de la transformation plastique.

Généralement le mouvement des dislocations est le mécanisme prépondérant qui pilote la plasticité des cristaux. Les dislocations perturbent localement l'ordre du cristal et sont porteuses d'un champ de déformation élastique propre. On considère cependant qu'à l'échelle de l'élément de volume, \underline{F}_p conserve le caractère parfait du réseau cristallin. Les champs des dislocations en équilibre local à la frontière de l'élément ne sont pas comptabilisés comme un effort extérieur [3]. Ce modèle impose que les dislocations traversent entièrement l'élément de volume et n'y demeurent pas stockées. Physiquement, un stockage a pourtant lieu et induit souvent une évolution de l'orientation cristalline.

Les caractéristiques liées aux dislocations ne sont donc pas considérées explicitement dans la description cinématique. Elles peuvent néanmoins intervenir dans la loi de comportement (plastique) du matériau. Les grandeurs physiques telle que la densité de dislocation locale seront alors prises en compte comme des variables internes des modèles.

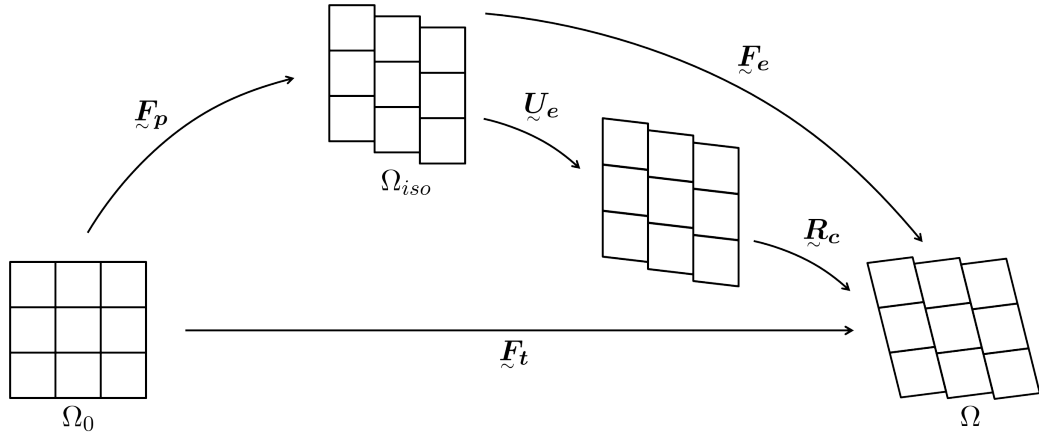


FIGURE 1.6 – Décomposition de la transformation totale \tilde{F}_t appliquée au cristal avec introduction de la configuration isocline relâchée Ω_{iso} [21]. Au sens de la mécanique des milieux continus, la rotation du cristal \tilde{R}_c est donnée par la décomposition polaire de \tilde{F}_e .

La transformation élastique \tilde{F}_e accommode les contraintes présentes dans l'état courant et assure la continuité du milieu. Contrairement à \tilde{F}_p qui ne perturbe pas le réseau cristallin local, \tilde{F}_e modifie la forme de la maille cristalline (cf. figure 1.7). La transformation élastique \tilde{F}_e rend compte de la rotation de réseau cristallin \tilde{R}_c qui n'est pas réversible et résulte en partie de phénomènes plastiques.

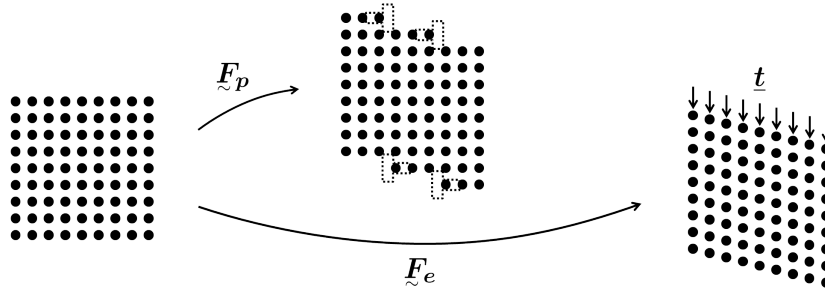


FIGURE 1.7 – Influence de transformations purement plastiques ou élastiques sur un plan d'atomes du réseau cristallin cubique [3]. La forme de la maille cristalline est modifiée par une transformation élastique alors que le réseau reste localement inchangé par la transformation plastique selon l'hypothèse considérée. La déformation élastique est nécessairement observée dans un état de sollicitation non nul.

1.1.2.4 Mesures expérimentales des transformations élastiques et plastiques

Dans ce manuscrit deux types de techniques de mesure des déformations sont présentés : les techniques de corrélation d'images numériques (CIN) et les techniques de diffraction.

Les techniques de CIN mesurent le déplacement de marqueurs en surface du matériau. Elles permettent de suivre l'évolution de la forme, de la taille et de la position d'éléments de surface du matériau. À ce titre, ces techniques sont sensibles à la transformation totale \tilde{F}_t introduite précédemment. Sur le schéma de la figure 1.8, les techniques de CIN vont suivre la transformation

des vecteurs \underline{X} et \underline{Y} en \underline{x} et \underline{y} de la configuration physique Ω . Les vecteurs \underline{X} et \underline{Y} délimitent l'élément de volume dans la configuration de référence. Ces techniques ne permettent pas de différencier les contributions plastiques et élastiques de la déformation.

Les techniques de diffraction sont principalement sensibles à la forme et à l'orientation de la maille cristalline. Elles seront liées à \underline{F}_e , c'est à dire à la transformation des vecteurs \underline{a}_0 et \underline{b}_0 , qui délimitent un groupe d'atomes voisins dans Ω_{iso} , en \underline{a} et \underline{b} dans Ω . Au sens des techniques de diffraction, la configuration isocline est équivalente à la configuration de référence, puisque l'arrangement d'un groupe voisin d'atomes est la même dans Ω_0 et Ω_{iso} . En effet, le déplacement de rangées atomiques particulières ne modifie pas l'organisation locale du réseau cristallin. Autrement dit, les techniques de diffraction sont insensibles à \underline{F}_p . Leurs mesures sont néanmoins indirectement affectées par la plasticité, par l'intermédiaire de la rotation induite du réseau cristallin. Formellement cette rotation est cependant intégrée dans le facteur \underline{F}_e de la décomposition (1.16).

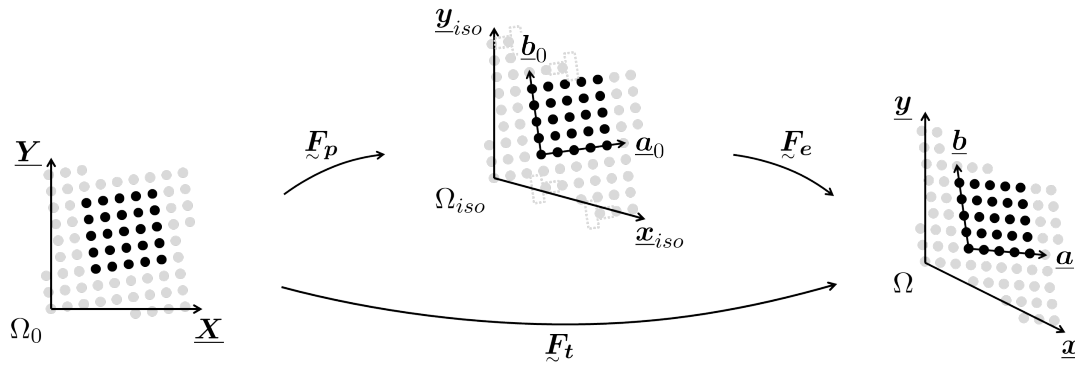


FIGURE 1.8 – Transformation totale d'un élément de cristal et sa décomposition en partie élastique et plastique. Les vecteurs \underline{x} et \underline{y} sont attachés à l'élément de volume considéré. Les vecteurs \underline{a} et \underline{b} forment un repère lié au réseau cristallin. L'arrangement d'un groupe d'atomes voisins est illustré en noir.

1.1.3 La loi d'élasticité comme outil d'évaluation des contraintes

Dans les cristaux, il existe une relation simple entre l'état de contrainte présent dans la configuration Ω et la déformation associée à \underline{F}_e : c'est la loi d'élasticité ou de Hooke généralisée. Cette relation résulte de la façon dont les atomes interagissent entre eux en fonction de la géométrie de la maille cristalline. La loi d'élasticité est donc un outil qui permet d'évaluer un état de contrainte connaissant l'orientation et la déformation élastique du cristal, deux informations qu'il est possible de mesurer grâce aux techniques de diffraction.

1.1.3.1 Tenseur des contraintes de Piola-Kirchhoff II

La loi d'élasticité est associée à la transformation \underline{F}_e (cf. figure 1.8). La configuration isocline relâchée joue le rôle de configuration de référence pour \underline{F}_e . Dans la configuration relâchée, la maille cristalline est au repos. On suppose qu'elle possède une symétrie cubique, c'est à dire que les trois vecteurs qui définissent la maille cristalline sont orthogonaux et de même norme. Dans la configuration actuelle Ω , le cristal est soumis à un état de contrainte représenté par le tenseur des contraintes de Cauchy $\underline{\sigma}$. La transformation est élastique, donc l'expression de $\underline{\sigma}$ dépend

uniquement des configurations relâchée et actuelle. En particulier, le trajet de chargement entre les deux configurations n'a pas d'influence sur la loi d'élasticité. Sa déformation est quantifiée par le tenseur de déformation de Green-Lagrange \underline{E}_e .

\underline{E}_e est défini par rapport à la configuration relâchée de référence. Cependant $\underline{\sigma}$ rend compte des efforts exercés sur les surfaces de la maille déformée dans Ω . Pour pouvoir comparer ces grandeurs, il faut dans un premier temps se placer dans une même configuration, par exemple la configuration relâchée. À chaque effort surfacique réel de la configuration actuelle, on associe donc un effort fictif sur l'élément de surface correspondant de la configuration relâchée. Il est alors possible de construire de manière similaire au tenseur de Cauchy $\underline{\sigma}$, un tenseur $\underline{\Sigma}$ qui permet de mesurer les contraintes fictives dans la configuration relâchée. $\underline{\Sigma}$ est le tenseur de Piola-Kirchhoff II.

Les tenseurs $\underline{\Sigma}$ et $\underline{\sigma}$ décrivent le même état de contrainte. La relation qui les unit est donnée par la manière dont les éléments de surface sont transformés par \underline{F}_e :

$$\underline{\Sigma} = J \underline{F}_e^{-1} \cdot \underline{\sigma} \cdot \underline{F}_e^{-T} \quad \text{avec} \quad \underline{F}_e^{-T} = (\underline{F}_e^{-1})^T \quad \text{et} \quad J = \det \underline{F}_e \quad (1.17)$$

Le tenseur $\underline{\Sigma}$ est symétrique, défini dans la configuration relâchée. C'est une grandeur que l'on peut maintenant comparer à \underline{E}_e .

1.1.3.2 Notation de Voigt

Dans la suite, la notation de Voigt est utilisée pour l'écriture des grandeurs tensorielles dans le cas des cristaux de symétrie cubique. Cette notation permet d'exprimer un tenseur symétrique dans un repère orthonormé sous une forme condensée dans un vecteur, en ne considérant que ses composantes indépendantes. Dans le repère orthonormé $(\underline{x}, \underline{y}, \underline{z})$, le tenseur $\underline{\Sigma}$, dont la forme matricielle est $[\underline{\Sigma}]$, possède la représentation $[\underline{\Sigma}]$:

$$[\underline{\Sigma}] = \begin{bmatrix} \Sigma_{xx} & \Sigma_{xy} & \Sigma_{xz} \\ \Sigma_{yx} & \Sigma_{yy} & \Sigma_{yz} \\ \Sigma_{zx} & \Sigma_{zy} & \Sigma_{zz} \end{bmatrix} \xRightarrow{\text{Voigt}} [\underline{\Sigma}] = \begin{bmatrix} \Sigma_{xx} \\ \Sigma_{yy} \\ \Sigma_{zz} \\ \Sigma_{yz} \\ \Sigma_{zx} \\ \Sigma_{xy} \end{bmatrix} \quad (1.18)$$

1.1.3.3 Loi d'élasticité cubique

On se place dans le repère de la maille cristalline $(\underline{a}_0, \underline{b}_0, \underline{c}_0)$ de la configuration relâchée. Selon l'hypothèse considérée, la maille au repos possède la symétrie cubique. Ce repère est donc orthogonal et constitué de vecteurs de même norme. Le repère $(\underline{a}_0, \underline{b}_0, \underline{c}_0)$ est associé par homothétie à un repère \mathcal{R} orthonormé $(\underline{x}, \underline{y}, \underline{z})$. La loi d'élasticité, associée à la transformation \underline{F}_e , s'écrit simplement dans \mathcal{R} comme une relation linéaire entre $\underline{\Sigma}$ et \underline{E}_e :

$$\begin{bmatrix} \Sigma_{xx} \\ \Sigma_{yy} \\ \Sigma_{zz} \\ \Sigma_{yz} \\ \Sigma_{zx} \\ \Sigma_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2 \times C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2 \times C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2 \times C_{44} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_{xx} \\ E_{yy} \\ E_{zz} \\ E_{yz} \\ E_{zx} \\ E_{xy} \end{bmatrix} \quad (1.19)$$

Les termes C_{11} , C_{12} et C_{44} sont les constantes d'élasticité du matériau. La relation (1.19) se rencontre souvent sous la forme :

$$\begin{bmatrix} \Sigma_{xx} \\ \Sigma_{yy} \\ \Sigma_{zz} \\ \Sigma_{yz} \\ \Sigma_{zx} \\ \Sigma_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_{xx} \\ E_{yy} \\ E_{zz} \\ 2 \times E_{yz} \\ 2 \times E_{zx} \\ 2 \times E_{xy} \end{bmatrix} \quad (1.20)$$

L'écriture (1.20) permet de faire apparaître la matrice des modules d'élasticité $[C]$ qui a pour composantes les termes C_{ij} . Le facteur 2 est alors intégré au vecteur des déformations de Green-Lagrange. Les composantes $2 \times E_{ij}$, $i \neq j$ correspondent au "cisaillement de l'ingénieur". Ils sont parfois notés $\Gamma_{ij} = 2 \times E_{ij}$, $i \neq j$.

La matrice $[C]$ représente, en notation de Voigt, le tenseur des modules d'élasticité $\underline{\underline{C}}$ de la relation tensorielle $\underline{\underline{\Sigma}} = \underline{\underline{C}} : \underline{\underline{E}}_e$. Il est possible d'inverser cette dernière relation en introduisant le tenseur des souplesses $\underline{\underline{S}}$ tel que $\underline{\underline{S}} = \underline{\underline{C}}^{-1}$. L'expression $\underline{\underline{E}}_e = \underline{\underline{S}} : \underline{\underline{\Sigma}}$ s'exprime alors sous la forme matricielle :

$$\begin{bmatrix} E_{xx} \\ E_{yy} \\ E_{zz} \\ 2 \times E_{yz} \\ 2 \times E_{zx} \\ 2 \times E_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{11} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{12} & S_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & S_{44} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \Sigma_{xx} \\ \Sigma_{yy} \\ \Sigma_{zz} \\ \Sigma_{yz} \\ \Sigma_{zx} \\ \Sigma_{xy} \end{bmatrix} \quad (1.21)$$

Les composantes S_{ij} de $[S]$ sont fréquemment substituées par le module de Young E_{Young} , le coefficient de Poisson ν et le module de cisaillement G selon les relations :

$$S_{11} = \frac{1}{E_{\text{Young}}}, \quad S_{12} = -\frac{\nu}{E_{\text{Young}}} \quad \text{et} \quad S_{44} = \frac{1}{G} \quad (1.22)$$

Les trois coefficients E_{Young} , ν et G sont définis à partir des constantes d'élasticité de la manière suivante :

$$E_{\text{Young}} = C_{11} \left(\frac{1 - 3\nu^2 - 2\nu^3}{1 - \nu^2} \right) \quad \text{avec} \quad \nu = \frac{1}{1 + \frac{C_{11}}{C_{12}}} \quad \text{et} \quad G = C_{44} \quad (1.23)$$

À partir des coefficients C_{ij} , il est possible de définir un coefficient d'anisotropie a :

$$a = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}} \quad (1.24)$$

Ce coefficient caractérise l'anisotropie du comportement mécanique. Lorsque $a = 1$, le comportement est isotrope et la réponse mécanique est identique quelle que soit la direction de sollicitation. Le comportement élastique des aciers austénitiques étudiés dans ce manuscrit est fortement anisotrope, à l'échelle de la maille cristalline, car $a > 3$.

1.1.4 Choix de la transformation et définition de l'orientation du cristal

Expérimentalement, on dispose rarement de l'évolution du cristal depuis un état de référence non contraint. Généralement seules les directions cristallographiques dans la configuration courante sont connues. Il revient à l'observateur d'associer un repère au cristal déformé, puis de choisir un repère de référence. Il fixe ainsi la transformation $\underline{\underline{F}}_e$ qui permet de calculer l'état de contrainte par l'intermédiaire de la loi d'élasticité.

Dans cette section, on montre qu'en raison de la symétrie cristalline, le choix du repère associé au cristal déformé peut conduire à mesurer deux déformations élastiques différentes à partir d'une même observation expérimentale. Une fois le repère fixé sur la configuration courante, la déformation élastique $\underline{\underline{E}}_e$ est déterminée. En effet le choix de la configuration de référence, définie à une rotation près, n'influence pas la mesure du tenseur.

Dans un second temps, il est souligné que plusieurs définitions existent pour la notion d'orientation du cristal déformé. La convention adoptée implique un choix sur la décomposition de la transformation $\underline{\underline{F}}_e$.

1.1.4.1 Choisir la transformation $\underline{\underline{F}}_e$

$\underline{\underline{F}}_e$ est définie de façon non ambiguë uniquement dans le cas où le chemin parcouru pour transformer $(\underline{a}_0, \underline{b}_0, \underline{c}_0)$ en $(\underline{a}, \underline{b}, \underline{c})$ est connu. Généralement, on dispose seulement de deux états supposés liés par une transformation élastique : (i) un cristal déformé qu'il faut caractériser par rapport à un cristal imaginaire au repos ou (ii) un cristal déformé qu'il faut caractériser par rapport à un autre cristal déformé. L'expérience nous renseigne seulement sur les directions cristallographiques. Il est nécessaire d'attribuer des vecteurs directeurs $(\underline{a}, \underline{b}, \underline{c})$ pour former la base de la maille déformée.

La figure 1.9 montre que le choix des vecteurs \underline{a} et \underline{b} peut conduire à la définition de deux tenseurs $\underline{\underline{E}}_e$ distincts. En tout, il existe vingt-quatre façons de choisir un repère associé à la maille cristalline [22]. Ces repères sont liés par les symétries du cristal, comme illustré dans la figure 1.10.

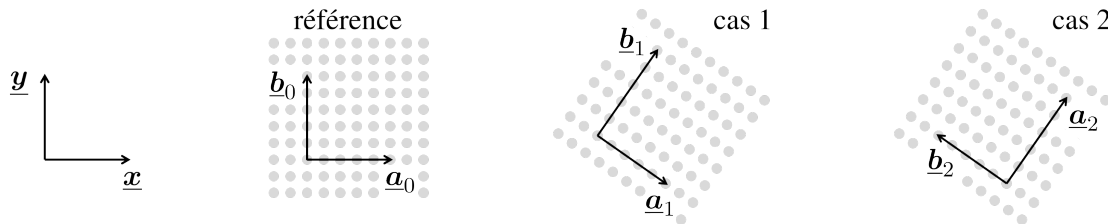


FIGURE 1.9 – Deux repères associés à une même maille déformée qui définissent deux transformations élastiques différentes. La mesure de la déformation dépend du choix des vecteurs \underline{a} et \underline{b} . Dans le cas 1, $\underline{\underline{E}}_e = E \underline{y} \otimes \underline{y}$ et $\theta = -35^\circ$ alors que dans le cas 2, $\underline{\underline{E}}_e = E \underline{x} \otimes \underline{x}$ et $\theta = 65^\circ$.

Intuitivement, les vecteurs $(\underline{a}, \underline{b}, \underline{c})$ sont souvent sélectionnés de manière à ce que la transformation $\underline{\underline{F}}_e$ soit la plus “directe” possible mais ce n’est pas toujours le cas. A priori, le matériau emprunte le chemin physique le plus court pour se déformer. Cette hypothèse se traduit de différentes façons. Le repère est parfois construit en choisissant \underline{a} colinéaire à un vecteur proche de \underline{a}_0 au sens du produit scalaire, puis \underline{b} proche de \underline{b}_0 et enfin \underline{c} . Il est également possible de prendre le repère de manière à ce que l’angle de rotation associée à $\underline{\underline{F}}_e$ (par exemple au sens de la décomposition polaire) soit minimal.

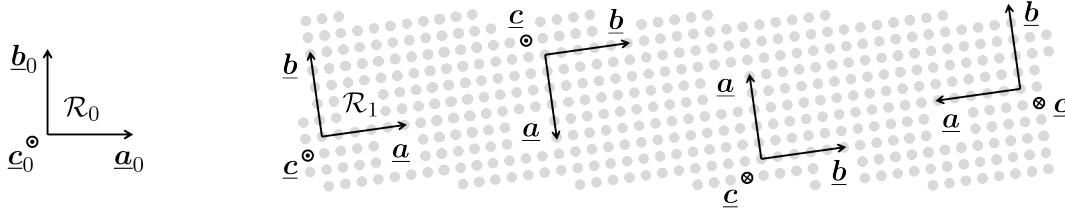


FIGURE 1.10 – Quelques repères associés aux directions cristallographiques du cristal. Le repère associé à la rotation d’angle minimal, ici \mathcal{R}_1 , est généralement sélectionné pour fixer $\underline{\mathcal{F}}_e$ par rapport à la configuration de référence \mathcal{R}_0 .

Comme les transformations étudiées dans ce manuscrit sont infinitésimales, la transformation directe est naturellement choisie. Aucune ambiguïté n’est rencontrée dans notre cas.

Une fois la transformation $\underline{\mathcal{F}}_e$ fixée, le tenseur de déformation de Green-Lagrange $\underline{\mathcal{E}}_e$ associé est déterminé d’après la relation 1.13. En particulier, l’état de déformation mesuré ne dépend pas de la configuration de référence utilisée, puisque toutes les configurations pour lesquelles le cristal est au repos sont définies à une rotation près. Pour une transformation $\underline{\mathcal{F}}_e$, nous cherchons maintenant à définir la notion d’orientation du cristal.

1.1.4.2 Définition de l’orientation, matrice d’orientation et vecteur de Rodrigues

La notion d’orientation est intimement liée à la notion de rotation. La rotation est une transformation $\underline{\mathcal{F}}_r$ particulière qui ne déforme pas l’élément de volume (réel ou fictif) sur lequel elle agit. Elle transforme donc un repère orthonormé direct \mathcal{R}_0 en un second repère orthonormé direct \mathcal{R} (cf. figure 1.11). Les transformations $\underline{\mathcal{F}}_r$ qui sont des rotations forment un ensemble mathématique complexe appelé “groupe spécial orthogonal” [23].

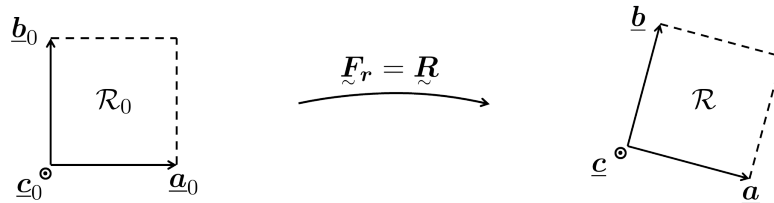


FIGURE 1.11 – Exemple de transformation qui est aussi une rotation. Au sens de la relation (1.11), la transformation se décompose simplement en $\underline{\mathcal{F}}_r = \underline{\mathcal{R}}$ donc $\underline{\mathcal{U}} = \underline{\mathcal{I}}$ et $\underline{\mathcal{F}}_r^{-1} = \underline{\mathcal{F}}_r^T$.

L’orientation du repère orthonormé \mathcal{R} associé à $(\underline{a}, \underline{b}, \underline{c})$ par rapport au repère \mathcal{R}_0 associé à $(\underline{a}_0, \underline{b}_0, \underline{c}_0)$ est définie comme la rotation $\underline{\mathcal{F}}_r$ qui transforme $(\underline{a}_0, \underline{b}_0, \underline{c}_0)$ en $(\underline{a}, \underline{b}, \underline{c})$. Cette définition conduit aux trois relations :

$$\underline{a} = \underline{\mathcal{F}}_r \cdot \underline{a}_0, \quad \underline{b} = \underline{\mathcal{F}}_r \cdot \underline{b}_0, \quad \underline{c} = \underline{\mathcal{F}}_r \cdot \underline{c}_0 \quad (1.25)$$

De manière équivalente, les relations vectorielles (1.25) s’écrivent sous une forme condensée qui fait apparaître la matrice de rotation $[\underline{g}]$, introduite d’après les références [22, 24]. Cette écriture ne traduit pas un produit scalaire mais exprime de façon synthétique des relations vectorielles.

Dans une base orthonormée $(\underline{x}, \underline{y}, \underline{z})$:

$$\begin{bmatrix} \underline{a} \\ \underline{b} \\ \underline{c} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} g_{xx} & g_{xy} & g_{xz} \\ g_{yx} & g_{yy} & g_{yz} \\ g_{zx} & g_{zy} & g_{zz} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \underline{a}_0 \\ \underline{b}_0 \\ \underline{c}_0 \end{bmatrix} \quad \text{avec} \quad [\underline{g}] = [\underline{F}_r]^T \quad (1.26)$$

Il suffit de trois variables indépendantes pour décrire une rotation. Les angles d'Euler sont un exemple de triplet de paramètres. Ils définissent une succession de rotations élémentaires autour des axes du repère \mathcal{R}_0 que l'on transporte progressivement vers \mathcal{R} . Dans ce manuscrit on choisit de représenter les rotations par le vecteur de Rodrigues \underline{R} . La direction portée par ce vecteur est l'axe de la rotation. Sa norme est liée à l'angle de la rotation θ :

$$\theta = \arccos \left(\frac{F_{xx} + F_{yy} + F_{zz} - 1}{2} \right) \quad \text{et} \quad |\underline{R}| = \tan \left(\frac{\theta}{2} \right) \quad \text{pour} \quad \theta \neq 180^\circ \quad (1.27)$$

où les termes F_{ij} sont les composantes du tenseur \underline{F}_r .

Le vecteur de Rodrigues est défini de la manière suivante dans les cas non singuliers ($\theta \neq 0^\circ$ et $\theta \neq 180^\circ$) :

$$R_x = \frac{F_{zy} - F_{yz}}{2(1 + \cos \theta)}, \quad R_y = \frac{F_{xz} - F_{zx}}{2(1 + \cos \theta)}, \quad R_z = \frac{F_{yx} - F_{xy}}{2(1 + \cos \theta)} \quad (1.28)$$

Le vecteur \underline{R} est nul pour $\theta = 0^\circ$. Le cas $\theta = 180^\circ$ est extrêmement rare expérimentalement mais important d'un point de vue numérique. Il est traité dans la référence [24] qui sert de base pour les manipulations d'orientations rapportées dans ce manuscrit.

Un intérêt du vecteur de Rodrigues est son interprétation dans l'hypothèse des petites transformations ($||\underline{F}_r|| \ll 1$). Sous cette hypothèse $\underline{F}_r = \underline{I} + \underline{\omega}$, avec $\underline{\omega}$ le tenseur des petites rotations :

$$[\underline{F}_r] = \begin{bmatrix} 1 & \omega_{xy} & \omega_{xz} \\ \omega_{yx} & 1 & \omega_{yz} \\ \omega_{zx} & \omega_{zy} & 1 \end{bmatrix} \quad \text{et} \quad [\underline{\omega}] = \begin{bmatrix} 0 & \omega_{xy} & \omega_{xz} \\ \omega_{yx} & 0 & \omega_{yz} \\ \omega_{zx} & \omega_{zy} & 0 \end{bmatrix} \quad (1.29)$$

En se rapportant aux équations (1.27) et (1.28), on trouve $\theta = 0$ (la rotation est infinitésimale) et en se rappelant que $\underline{\omega}$ est antisymétrique :

$$R_x = -\frac{\omega_{yz}}{2}, \quad R_y = \frac{\omega_{xz}}{2}, \quad R_z = -\frac{\omega_{xy}}{2} \quad (1.30)$$

Dans l'hypothèse des petites transformations, les composantes du vecteur de Rodrigues s'interprètent de la même manière que les composantes du tenseur des petites rotations. Chaque composante représente une rotation indépendante autour d'un axe du repère \mathcal{R}_0 . On rappelle que ω_{xy} est l'angle d'une rotation dont l'axe est donné par le vecteur $-\underline{z}_0$ du repère. La composante R_z est donc le demi angle d'une rotation dont l'axe est donné par \underline{z}_0 .

Afin de souligner le sens physique des composantes de $\underline{\omega}$, la matrice $[\underline{\omega}]$ est fréquemment exprimée en utilisant les composantes ω_x , ω_y et ω_z du vecteur rotation $\underline{\omega}$ ⁴ associé à $\underline{\omega}$. En effet, les composantes ω_i s'interprètent directement comme les angles de rotation autour des vecteurs du repère (i.e. la composante ω_z représente l'angle d'une rotation dont l'axe est donné par le vecteur \underline{z}_0 du repère). La matrice $[\underline{\omega}]$ s'exprime alors de la manière suivante :

$$[\underline{\omega}] = \begin{bmatrix} 0 & -\omega_z & \omega_y \\ \omega_z & 0 & -\omega_x \\ -\omega_y & \omega_x & 0 \end{bmatrix} \quad \text{avec} \quad \begin{cases} \omega_x = -\omega_{yz} = 2 \times R_x \\ \omega_y = \omega_{xz} = 2 \times R_y \\ \omega_z = -\omega_{xy} = 2 \times R_z \end{cases} \quad (1.31)$$

4. Le vecteur $\underline{\omega}$ est unique car $\underline{\omega}$ est antisymétrique. Il est défini tel que $\forall \underline{v}, \underline{\omega} \cdot \underline{v} = \underline{\omega} \wedge \underline{v}$.

1.1.4.3 Cas du cristal idéal non déformé

Si le cristal dans la configuration courante est au repos, les vecteurs du repère choisi pour définir \underline{F}_e forment naturellement un repère orthonormé que l'on peut associer par homothétie à \mathcal{R} . On sait donc immédiatement définir l'orientation de \mathcal{R} par rapport au repère orthonormé de référence \mathcal{R}_0 car \underline{F}_e possède les caractéristiques de \underline{F}_r .

Lorsque \mathcal{R}_0 est le repère de travail, par exemple attaché à l'échantillon, et \mathcal{R} le repère associé à la maille cristalline, on parle de l'orientation de \mathcal{R} . Lorsque \mathcal{R}_0 et \mathcal{R} sont deux repères attachés au cristal, le terme désorientation est employé. Il s'entend généralement comme la rotation d'angle minimal d'un cristal par rapport à l'autre en tenant compte des symétries du cube.

1.1.4.4 Cas du cristal déformé

Lorsqu'elle est soumise à une sollicitation mécanique, la maille cristalline perd sa symétrie cubique. Ses vecteurs de base ne forment plus un repère orthogonal. Définir l'orientation du cristal, c'est donc choisir un repère orthonormé imaginaire attaché à la maille. Ce choix détermine la manière de décomposer \underline{F}_e en la rotation qui donne l'orientation du cristal et une transformation complémentaire qui contient l'information sur la déformation du cristal. Mécaniciens et cristallographes possèdent une vision différente de l'orientation du cristal déformé [25] (cf figure 1.12).

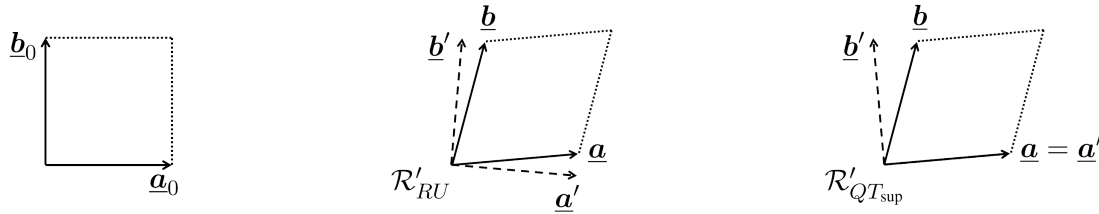


FIGURE 1.12 – Repère orthonormé associé à la maille cristalline déformée suivant la décomposition du mécanicien (RU) et du cristallographe (QT). L'orientation de la maille diffère suivant la décomposition mais la mesure de la déformation \underline{E}_e , réalisée à partir de \underline{F}_e , est identique.

En mécanique, l'orientation du cristal est donnée par le tenseur orthogonal \underline{R} de la décomposition polaire $\underline{F}_e = \underline{R}\underline{U}$ introduite dans la section 1.1.2.2. C'est la rotation qui transforme le repère $(\underline{a}_0, \underline{b}_0, \underline{c}_0)$ en un repère orthogonal $(\underline{a}', \underline{b}', \underline{c}')$ dans lequel s'est préalablement déformé le matériau de manière purement symétrique. Les vecteurs de ce nouveau repère, associé au repère orthonormé \mathcal{R}'_{RU} , ne sont pas attachés à des directions cristallographiques remarquables.

En cristallographie, l'orientation du cristal est mesurée à l'aide d'un repère orthonormé \mathcal{R}'_{QTsup} dont au moins un vecteur est colinéaire à une direction cristallographique remarquable. La convention est de construire un repère $(\underline{a}', \underline{b}', \underline{c}')$ à partir du repère $(\underline{a}, \underline{b}, \underline{c})$ en utilisant la procédure d'orthonormalisation suivante [26] :

- \underline{a}' est colinéaire au premier vecteur de la base cristallographique, $\underline{a}' \parallel \underline{a}$ avec $\underline{a}' \cdot \underline{a} > 0$.
- \underline{b}' est dans le plan défini par les deux premiers vecteurs de la base cristallographique, $\underline{b}' \cdot (\underline{a} \wedge \underline{b}) = 0$ et on choisit $\underline{b}' \cdot \underline{b} > 0$.
- Le dernier vecteur complète le repère, $\underline{c}' = \underline{a}' \wedge \underline{b}' = \underline{a} \wedge \underline{b}$. On note que le produit scalaire $\underline{c}' \cdot \underline{c} = (\underline{a} \wedge \underline{b}) \cdot \underline{c} > 0$ puisque la maille possède un volume non nul.
- La norme des vecteurs du nouveau repère est fixée à une valeur unique. On choisit souvent $\sqrt[3]{\underline{a} \cdot (\underline{b} \wedge \underline{c})}$ pour garantir que le nouveau repère définisse une maille imaginaire de même volume que la maille physique.

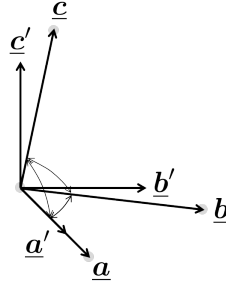


FIGURE 1.13 – Définition du repère $(\underline{a}', \underline{b}', \underline{c}')$ formé durant la procédure d'orthonormalisation du repère du cristal $(\underline{a}, \underline{b}, \underline{c})$.

Cette procédure est liée à la transformation \tilde{T} qui change $(\underline{a}', \underline{b}', \underline{c}')$ en $(\underline{a}, \underline{b}, \underline{c})$. Son expression $[\tilde{T}]$ dans le repère orthonormé \mathcal{R}' associé à $(\underline{a}', \underline{b}', \underline{c}')$ est :

$$[\tilde{T}]_{\mathcal{R}'} = \begin{bmatrix} \underline{a} \cdot \underline{a}' & \underline{b} \cdot \underline{a}' & \underline{c} \cdot \underline{a}' \\ 0 & \underline{b} \cdot \underline{b}' & \underline{c} \cdot \underline{b}' \\ 0 & 0 & \underline{c} \cdot \underline{c}' \end{bmatrix} \quad \text{avec} \quad \begin{cases} \underline{a} = \tilde{T} \cdot \underline{a}' \\ \underline{b} = \tilde{T} \cdot \underline{b}' \\ \underline{c} = \tilde{T} \cdot \underline{c}' \end{cases} \quad (1.32)$$

Par construction $[\tilde{T}]$ est triangulaire supérieure et les termes de sa diagonale sont positifs. On note à présent $\tilde{T} = \tilde{T}_{\text{sup}}$. La procédure d'orthonormalisation est parfois présentée dans le formalisme matriciel qui a conduit à la définition de la matrice $[g]$ (cf. équation (1.26)). La matrice obtenue est alors la transposée de $[\tilde{T}]$ [26]. Par le même raisonnement on peut aussi construire un repère \mathcal{R}'' différent dans lequel la transformation associée sera une matrice triangulaire inférieure. Il faut pour cela choisir \underline{c} comme vecteur de départ et prendre \underline{b}'' dans le plan $(\underline{b}, \underline{c})$. Cette convention inhabituelle est utilisée par le logiciel EBSD employé pour acquérir les données.

La façon dont le cristallographe conçoit la notion d'orientation est liée à une décomposition de la transformation élastique \tilde{F}_e différente de celle du mécanicien. Elle fait appel à un théorème de calcul matriciel dit de décomposition “QR” ou “QL” : Toute matrice carrée $[A]$ peut être décomposée en une matrice triangulaire supérieure $[T]$ (resp. inférieure) et une matrice orthogonale $[Q]$. Si $[A]$ est inversible et que les termes diagonaux de $[T]$ sont strictement positifs alors la décomposition est unique.

Dans le repère \mathcal{R}_0 , la transformation élastique peut donc se décomposer en :

$$\tilde{F}_e = \tilde{Q} \cdot \tilde{T}_{\text{sup}} \quad \text{avec} \quad \tilde{Q}^{-1} = \tilde{Q}^T \quad \text{et} \quad [\tilde{T}_{\text{sup}}]_{\mathcal{R}_0} = \begin{bmatrix} \cdot & \cdot & \cdot \\ 0 & \cdot & \cdot \\ 0 & 0 & \cdot \end{bmatrix} \quad (1.33)$$

Nous avons introduit une façon de construire \tilde{T}_{sup} qui traduit l'évolution vers une forme quelconque de la maille cristalline. Cette transformation, suivie de la rotation adaptée, est capable de transformer \mathcal{R}_0 en n'importe quel \mathcal{R} physiquement compatible. Comme $[\tilde{T}_{\text{sup}}]$ possède les propriétés attendues du théorème, c'est en fait la seule transformation qui permette de décomposer \tilde{F}_e suivant (1.33).

Finalement, la rotation \tilde{Q} définit l'orientation de la maille déformée pour le cristallographe, en accord avec la convention exprimée dans le paragraphe précédent. Au sens du mécanicien, il reste une partie de rotation dans \tilde{T}_{sup} car la déformation portée par ce tenseur n'est pas purement symétrique.

Bilan

La loi d'élasticité permet d'évaluer l'état de contrainte à partir d'une mesure de la déformation élastique du cristal. Cette loi a été rappelée dans un formalisme de grandes transformations afin d'introduire différentes façons de calculer la déformation élastique et l'orientation du cristal. Ces différences seront présentes entre les variantes des techniques HR-EBSD et microdiffraction Laue. Elles n'impactent cependant pas les résultats rapportés dans ce manuscrit car les transformations mécaniques observées restent infinitésimales.

1.2 Mesures de déformation élastique par les méthodes de diffraction

Pour évaluer l'état de contrainte local, il faut être capable de mesurer la déformation élastique du cristal. Par nature, la déformation élastique modifie la forme et la taille de la maille cristalline. Les distances et les angles entre les plans denses d'atomes évoluent. Pour étudier précisément la géométrie du réseau cristallin, un phénomène très utile est la diffraction des rayonnements par la structure périodique du cristal. Il est à l'origine de nombreuses techniques de mesure des déformations élastiques, en particulier la microdiffraction Laue et l'EBSD à haute résolution angulaire.

1.2.1 Principe de la diffraction, clichés de points ou de bandes

Le phénomène de diffraction des rayonnements par le cristal est universel. Cependant, en fonction du rayonnement et de la géométrie utilisés, les figures de diffraction obtenues peuvent apparaître de nature très différente (cf. figure 1.14). L'objectif de cette section est de comprendre l'origine physique et la signification des éléments qui constituent ces figures.

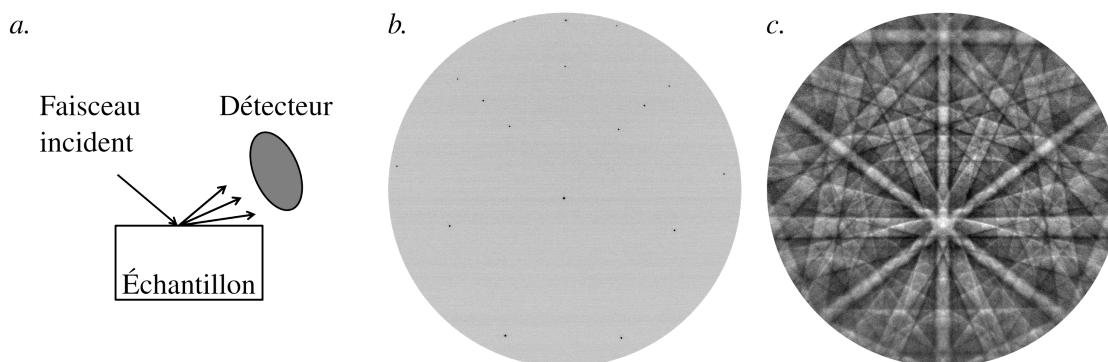


FIGURE 1.14 – *a.* Principe de l'observation de figures de diffraction en réflexion. Figures obtenues sur un acier austénitique avec : *b.* un faisceau de rayons X polychromatiques (diagramme de Laue, image en contraste inversé) et *c.* un faisceau d'électrons (cliché de Kikuchi).

1.2.1.1 Interprétation du diagramme de Laue dans la théorie cinématique

Les interactions entre un faisceau de rayons X monochromatique et le cristal conduisent aux phénomènes de diffusion et de fluorescence [27].

La diffusion s'explique comme une interaction élastique (de type Thomson) ou faiblement inélastique (effet Compton) des photons avec le cortège électronique des atomes. Une petite par-

tie de l'énergie contenue dans le faisceau incident est alors diffusée dans tout l'espace. Lorsque le processus est élastique, les ondes diffusées par le réseau d'atomes conservent la même longueur d'onde. Elles constituent des sources cohérentes qui vont pouvoir générer des interférences constructives avec le faisceau incident, dans certaines directions de l'espace. L'intensité observée dans ces directions est très élevée par rapport à celle émise dans une direction quelconque : on assiste au phénomène de diffraction.

L'intensité du faisceau diffracté est toujours très faible devant l'intensité du faisceau incident. Ainsi un faisceau produit par la diffraction d'un faisceau déjà diffracté aura une intensité négligeable. Les pics d'intensité visibles dans la figure de diffraction sont donc issus exclusivement de la diffraction du faisceau incident. Les ondes diffusées de manière inélastique, dont la longueur d'onde est modifiée, ne forment pas d'interférence et participent au fond diffus d'intensité.

La fluorescence est due à l'absorption des photons par les atomes. Cette absorption se caractérise par l'émission d'un électron du cortège électronique. L'atome se trouve alors dans un état excité. Lors de sa désexcitation un photon de longueur d'onde caractéristique est émis dans une direction aléatoire. Une partie importante du rayonnement incident peut être réémise par fluorescence. Cependant, comme les sources de fluorescence ne sont pas directionnelles, leur intensité reste généralement faible devant l'intensité des faisceaux diffractés sur le détecteur. Les pics observés dans la figure de diffraction sont donc uniquement le résultat du phénomène de diffraction.

La théorie cinématique de la diffraction permet de prédire la position des pics de diffraction. D'après la loi de Bragg, un rayonnement monochromatique de longueur d'onde λ va diffracter sur les plans cristallins (hkl) en respectant :

$$n \lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta \quad (1.34)$$

Dans la relation (1.34), n est l'ordre de diffraction et d_{hkl} la distance inter-réticulaire des plans (hkl) . θ est le demi-angle entre le faisceau incident et le faisceau diffracté. Soit \underline{k}_i le vecteur d'onde du faisceau incident et \underline{k}_f le vecteur diffracté par la famille de plans (hkl) . Comme la diffraction résulte de processus élastiques la norme des vecteurs est identique, $|\underline{k}_f| = |\underline{k}_i| = \lambda^{-1}$. On définit le vecteur diffraction \underline{q}_{hkl} tel que :

$$\underline{q}_{hkl} = \underline{k}_f - \underline{k}_i \quad (1.35)$$

Lorsque la loi de Bragg est respectée, la relation géométrique présentée dans la figure 1.15 est satisfaite entre le faisceau incident de vecteur directeur $\underline{u}_i = \lambda \underline{k}_i$, le faisceau diffracté de vecteur directeur $\underline{u}_f = \lambda \underline{k}_f$ et la normale \underline{n} au plan cristallin.

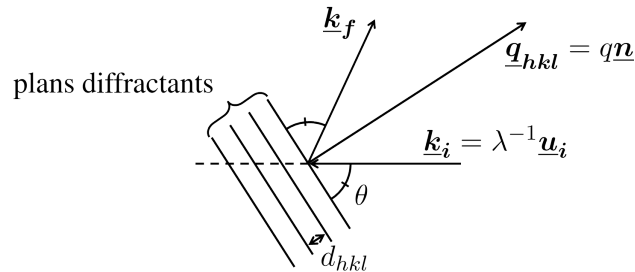


FIGURE 1.15 – Diffraction d'un faisceau incident de vecteur d'onde \underline{k}_i , de vecteur unitaire \underline{u}_i , en condition de Bragg sur une famille de plans cristallins de normale \underline{n} .

La loi de Bragg peut également être interprétée en faisant appel au réseau réciproque du cristal, selon la construction d'Ewald. Un cristal dont la maille élémentaire est décrite par le repère $(\underline{a}, \underline{b}, \underline{c})$ possède un réseau réciproque dont le repère est $(\underline{a}^*, \underline{b}^*, \underline{c}^*)$. Par définition $\underline{a} \cdot \underline{a}^* = 1$ et $\underline{b} \cdot \underline{a}^* = \underline{c} \cdot \underline{a}^* = 0$.

Pour coupler les espaces direct et réciproque, on prend pour origine du réseau réciproque l'extrémité de \underline{k}_i que l'on place également au point d'impact du faisceau sur la surface de l'échantillon (cf. figure 1.16). Le vecteur d'onde incident est fixé, par ailleurs $|\underline{k}_f| = |\underline{k}_i|$, donc l'extrémité du vecteur de diffraction est située sur une sphère centrée sur l'origine de \underline{k}_i et de rayon λ^{-1} .

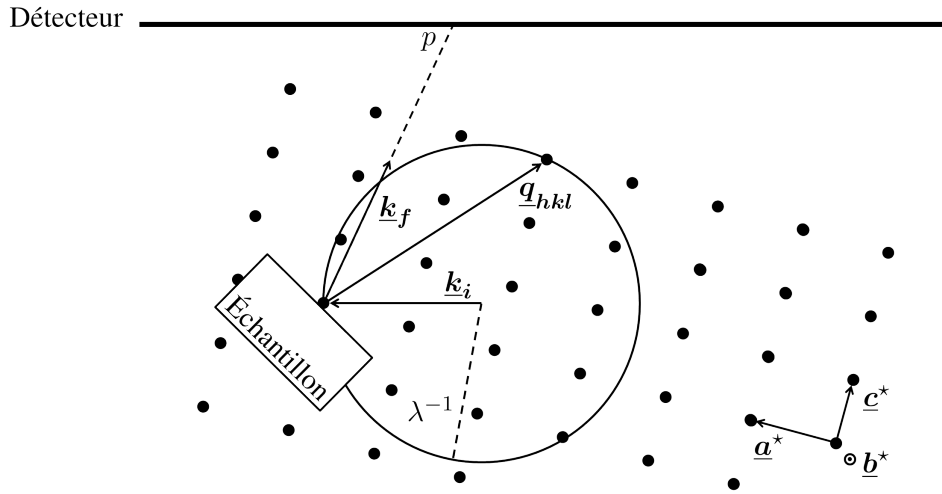


FIGURE 1.16 – Construction d'Ewald pour un rayonnement incident monochromatique [28]. Seul le pic d'intensité p associé au vecteur de diffraction \underline{q}_{hkl} est observé sur le détecteur.

Si \underline{k}_f est bien associé à la direction d'un pic d'intensité, la loi de Bragg est respectée pour une famille de plans cristallins (hkl) . Dans ce cas, l'extrémité de \underline{q}_{hkl} est aussi confondue avec le nœud du réseau réciproque associé à cette famille de plans. Autrement dit : seuls les plans dont le nœud associé dans le réseau réciproque est un point de la sphère d'Ewald sont en condition de diffraction selon la loi de Bragg. La position de chaque pic d'intensité est directement liée à l'orientation du plan cristallin qui a donné lieu à la diffraction.

Pour un faisceau monochromatique, il est rare de rassembler les conditions pour lesquelles le pic de diffraction est visible sur le détecteur. La sphère d'Ewald intercepte peu de nœuds du réseau réciproque et le rayonnement diffracté n'est pas forcément orienté correctement. Il est nécessaire d'ajuster le positionnement du détecteur et de l'échantillon pour étudier plusieurs plans, généralement à l'aide d'un goniomètre.

En microdiffraction Laue le faisceau est polychromatique. Il est constitué de rayonnements dont la longueur d'onde varie continûment entre λ_{\min} et λ_{\max} . Dans cette configuration, un nombre important de nœuds du réseau réciproque se trouvent en condition de diffraction dans le volume compris entre les deux sphères limites (cf. figure 1.17). Plusieurs plans cristallins vont produire un faisceau diffracté et on obtient sur le détecteur un cliché de points.

Lorsqu'il existe dans le spectre une longueur d'onde telle que la diffraction puisse avoir lieu, comme la direction du faisceau incident est fixée, la direction du faisceau diffracté se calcule comme une réflexion "optique" du faisceau incident sur le plan cristallin qui joue alors un rôle de

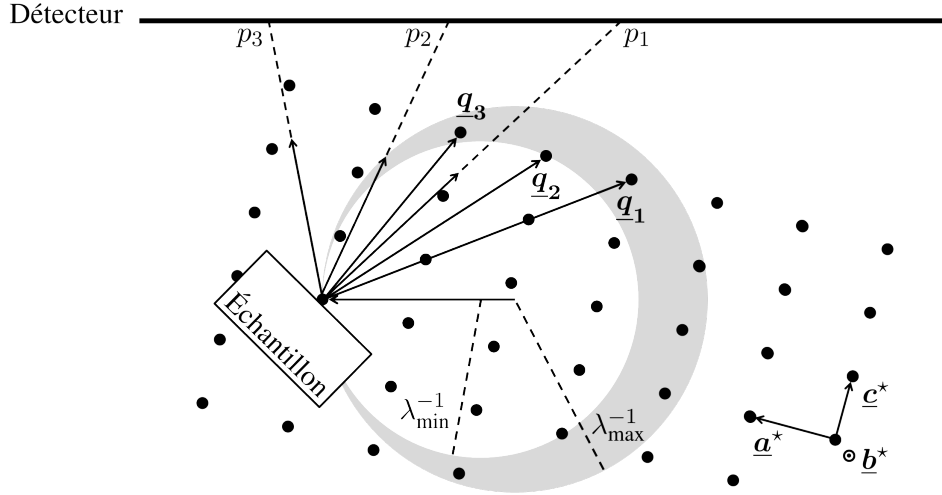


FIGURE 1.17 – Construction d'Ewald pour le rayonnement polychromatique utilisé en diffraction Laue [28]. Les nœuds du réseau réciproque contenus entre les sphères limites sont en condition de diffraction. La figure observée sur le détecteur est constituée d'un grand nombre de pics d'intensité.

miroir [29]. En particulier :

$$\underline{u}_f = \underline{u}_i + 2 \sin \theta \underline{n} \quad (1.36)$$

La position de chaque pic d'intensité est reliée seulement à l'orientation d'un plan diffractant par l'angle θ . La position relative des pics sur le détecteur permet donc de connaître le positionnement des plans cristallins les uns par rapport aux autres. Sur une figure de diffraction, sans manipulation de l'échantillon ou du détecteur, il est possible d'étudier la forme de la maille cristalline et donc de mesurer sa déformation élastique.

1.2.1.2 Le cliché de bandes comme résultat de la diffraction d'une source secondaire

Un faisceau d'électrons monochromatique, constitué de particules massiques et chargées, va interagir plus fortement avec la matière que le rayonnement X. Les électrons incidents qui formeront la figure de diffraction, interagissent principalement avec le noyau des atomes [30]. La section efficace associée à cette interaction est grande et une partie importante de l'intensité du faisceau incident va être diffusée. Contrairement aux rayons X, les électrons vont interagir avec de nombreux atomes dans la matière. Ces processus de diffusion multiple, élastiques et quasi-élastiques (avec une faible perte d'énergie), distribuent en énergie et en direction le rayonnement diffusé. En particulier, les faisceaux diffractés à partir du faisceau incident sont eux aussi diffusés et diffractés de nombreuses fois. La dépendance entre faisceau incident et figure de diffraction n'est donc pas présente au sens des rayons X.

Suite aux processus de diffusion multiple, de nombreux électrons sont rétro-diffusés vers la surface de l'échantillon. Il est pratique de considérer que ces particules proviennent d'une source secondaire située dans le matériau [31]. Cette source est divergente et polychromatique. Pour tous les plans cristallins dont le facteur de structure est non nul, on va donc trouver un ensemble de faisceaux d'électrons en condition de diffraction.

Contrairement aux rayons X qui peuvent satisfaire à la loi de Bragg avec des angles θ importants, la longueur d'onde plus faible des électrons impose $\theta < 2^\circ$. Les électrons en condition de diffraction restent donc à proximité de la trace du plan cristallin sur lequel ils diffractent. Comme la source est divergente, ils se répartissent sur deux cônes de Kossel de manière symétrique par rapport à ce plan. Les cônes de Kossel interceptent un détecteur plan selon deux hyperboles extrêmement ouvertes qui apparaissent comme des lignes (cf. figure 1.18). Ces lignes de Kikuchi délimitent les bandes de Kikuchi.

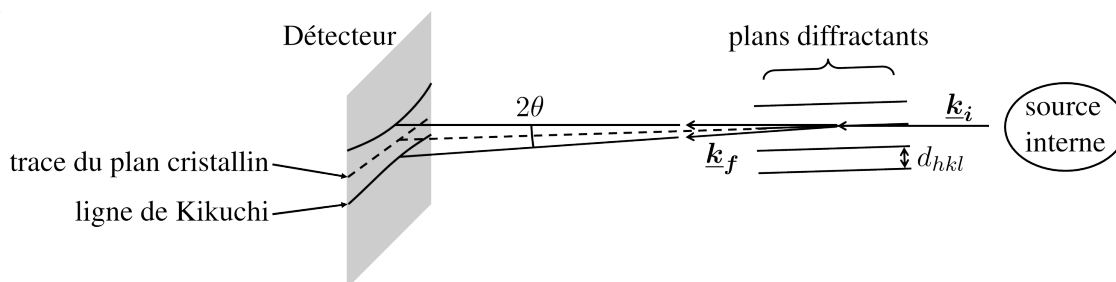


FIGURE 1.18 – Diffraction des électrons rétro-diffusés sur les plans cristallins sur leur chemin retour vers la surface du matériau depuis la source interne. L'angle de diffraction est petit, les cônes de Kossel interceptent le détecteur en délimitant une bande de Kikuchi.

Un parallèle intéressant peut être fait avec la diffraction Laue où les interactions de fluorescence forment également une source interne. Dans le cas du cuivre, la source de fluorescence est suffisamment brillante pour que des éléments linéiques puissent être observées dans le fond d'intensité qui entoure les pics de diffraction. Leur formation est issue du même processus que celui présenté dans le cas des électrons. La longueur d'onde importante des rayons X permet d'obtenir de grands angles de diffraction ce qui accentue le caractère hyperbolique des lignes observées.

La répartition de l'intensité dans la bande de Kikuchi s'explique par des effets dynamiques liés au caractère ondulatoire des électrons [32]. Le phénomène de canalisation des électrons par le réseau cristallin permet d'expliquer que le centre des bandes soit plus clair que les lignes ou que l'extérieur de la bande. La physique de la canalisation est complexe mais bien comprise [33, 34]. De nombreux effets supplémentaires peuvent impacter la répartition de l'intensité diffractée et la simulation de clichés est un domaine de recherche toujours actif [35].

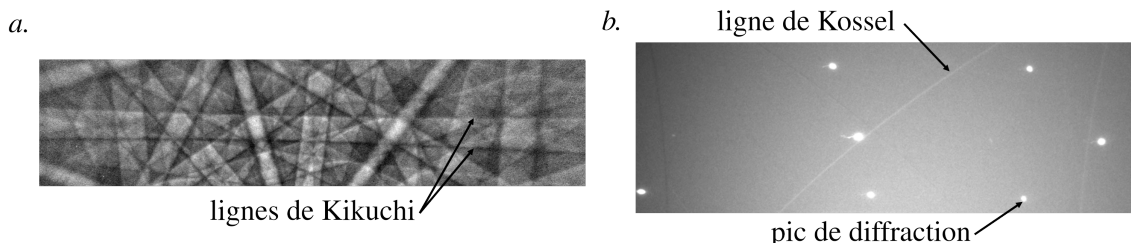


FIGURE 1.19 – *a.* Bande de Kikuchi obtenue sur un acier austénitique, délimitée par deux lignes de Kikuchi dont on note le caractère hyperbolique. *b.* Détail d'un diagramme de Laue obtenu sur du cuivre. Des lignes de Kossel issues de la diffraction du rayonnement de fluorescence sont visibles.

1.2.2 Influences de la déformation du cristal sur les figures de diffraction

Les éléments des figures de diffraction sont différemment reliés à l'orientation des plans cristallins. En diffraction Laue, les pics d'intensité sont dépendants de la position des nœuds du réseau réciproque. Les bandes du cliché de Kikuchi matérialisent sur l'écran une information liée à la trace des plans diffractants. Ces éléments dépendants de la forme et de la taille de la maille cristalline vont être influencés par une transformation du cristal.

1.2.2.1 Influence de la déformation plastique

Théoriquement, d'après le raisonnement développé dans la section 1.1.2.3, la transformation plastique ne modifie pas l'organisation locale du cristal. Elle devrait donc laisser la figure de diffraction inchangée. En réalité, la déformation plastique s'accompagne souvent d'un écrouissage et donc d'une augmentation de la densité de dislocations présente dans le cristal.

Le principal effet sur les clichés de Kikuchi est la diminution de la netteté des bandes. En effet, les dislocations stockées dans le volume d'analyse perturbent localement les conditions de diffraction. La figure devient plus floue. Cette constatation a donné lieu à plusieurs critères d'évaluation de la déformation plastique [11], malheureusement difficilement reproductibles.

En microdiffraction, le stockage des dislocations se remarque surtout car il entraîne des gradients de rotation à l'intérieur du volume d'analyse. L'intensité diffractée ne forme plus une tache circulaire sur le détecteur. Comme la forme de la tache est quelconque et parfois tortueuse, estimer la position du pic de diffraction peut être difficile.

Lors de la mesure de la partie élastique de la déformation, les effets de la partie plastique sur les figures de diffraction sont plutôt gênants. Ils imposent de trouver des méthodes de traitement robustes (e.g. le filtrage des clichés avant corrélation pour la technique HR-EBSD) ou des stratégies comme la reconstruction des taches de Laue en profondeur [36]. Dans ce manuscrit l'ordre de grandeur de la déformation totale imposée au cristal est de 1% et les effets mentionnés précédemment sont négligeables.

1.2.2.2 Influence d'une déformation élastique hydrostatique

Une déformation hydrostatique a pour effet d'augmenter ou de diminuer la taille de la maille cristalline sans changer sa forme. L'orientation des plans cristallins demeure inchangée mais leur distance inter-réticulaire d_{hkl} est modifiée.

En diffraction Laue, la direction du faisceau incident \underline{u}_i est fixée, donc l'angle de diffraction θ avec un plan cristallin donné l'est également. Selon la loi de Bragg (1.34), si pour ce plan la distance d_{hkl} est modifiée alors la longueur d'onde du faisceau diffractant sera modifiée en conséquence. Le niveau énergétique prélevé dans le faisceau incident sera différent mais, en vertu de la relation (1.36), la position du pic d'intensité sur le détecteur restera la même.

En EBSD, la déformation hydrostatique va jouer à la fois sur la longueur d'onde des électrons diffractants et l'angle de Bragg θ . Sur le détecteur, l'énergie des électrons n'étant pas évaluée, on observe principalement une variation de la largeur des bandes de Kikuchi.

Nous verrons que la microdiffraction Laue et l'HR-EBSD sont insensibles à la déformation hydrostatique. En effet, les détecteurs conventionnels ne sont pas résolus en énergie et seule l'intensité de la figure de diffraction est mesurée. Dans le cas du cliché de Kikuchi, l'évaluation de la largeur de bande n'est pas suffisamment résolue pour espérer estimer une variation de d_{hkl} due à une déformation élastique [11].

1.2.2.3 Influence d'une déformation élastique déviatorique

La déformation élastique déviatorique va principalement modifier la forme de la maille cristalline, c'est-à-dire l'orientation relative des plans cristallins. Ce type de déformation joue sur les relations angulaires au sein du cristal.

Un faible écart angulaire entre deux faisceaux diffractés va engendrer par projection sur le détecteur (situé loin de la source) une distance mesurable entre les éléments du cliché. Comme les nœuds du réseau réciproque se déplacent sous l'effet de la déformation déviatorique, la position des pics de diffraction dans le diagramme de Laue est modifiée. De même, les angles entre les bandes de Kikuchi évoluent ce qui change la position et la forme des éléments du cliché.

La mesure de la position ou du déplacement des éléments des clichés de diffraction permet de déterminer la déformation élastique déviatorique du cristal. Ces mesures sont à la base des techniques de microdiffraction Laue et d'EBSD à haute résolution angulaire.

1.2.2.4 Mesure absolue ou relative de la déformation élastique déviatorique

Si la géométrie de diffraction est parfaitement connue, la position des éléments du cliché permet de réaliser une mesure absolue de l'état de déformation. Il suffit de disposer d'un seul cliché de diffraction à partir duquel on déduit la forme de la maille cristalline. Pour cela, il faut a priori être capable d'isoler puis d'associer les éléments du cliché à des directions cristallographiques de la maille.

Dans la mesure absolue, le cristal physique est considéré comme le résultat d'une transformation élastique depuis un état imaginaire au repos. Une solution alternative pour réaliser la mesure revient à simuler un cliché de diffraction pour le cristal imaginaire et à le comparer au cliché réel. La position des éléments est alors considérée comme un écart à la position théorique. Cet écart s'apparente à un déplacement depuis la valeur vraie ou initiale provoqué par la transformation élastique.

La mesure relative de déformation se base sur la comparaison de deux clichés expérimentaux. On considère que l'un des clichés est issu d'un point du cristal dont l'état de déformation est pris comme référence. Le deuxième cliché provient du point de mesure. La mesure relative permet d'estimer la transformation qui conduit l'état mécanique de référence vers l'état mécanique du point de mesure.

Bilan

Suivant le type de rayonnement incident et les conditions géométriques utilisées, les figures de diffraction sont constituées d'éléments différents qui sont liés à la disposition des plans cristallins. La loi de Bragg permet de comprendre l'influence de la déformation du cristal sur ces figures. Cette relation simple permet d'envisager des stratégies pour réaliser une mesure de la déformation élastique à partir des diagrammes de Laue et des figures de Kikuchi.

Dans les sections suivantes, nous allons introduire en détail la microdiffraction Laue et l'EBSD à haute résolution angulaire. Ces deux techniques expérimentales utilisent les principes présentés dans cette section pour déterminer la partie déviatorique du tenseur des déformations élastiques ainsi que l'orientation du cristal. Elles permettent d'évaluer avec une résolution spatiale et une résolution en déformation suffisantes, les contraintes intragranulaires présentes dans les aciers austénitiques dont le comportement est étudié dans ce manuscrit.

Il est à noter que plusieurs autres techniques basées sur le phénomène de diffraction permettent la mesure d'au moins une partie du tenseur des déformations élastiques. La référence [11] présente une comparaison intéressante de la spectroscopie Raman (diffraction d'une onde laser), de la diffraction des rayons X, de la diffraction électronique sur lame mince (CBED) et de l'utilisation des clichés de Kossel.

1.3 La microdiffraction Laue

La microdiffraction Laue est une technique basée sur la diffraction d'un faisceau de rayons X polychromatique dont la section est de l'ordre du μm^2 . Afin que l'intensité du faisceau soit suffisante pour observer une figure de diffraction, il est nécessaire d'utiliser une source synchrotron extrêmement brillante. En Europe, les dispositifs expérimentaux de microdiffraction sont exclusivement disponibles à l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility). La technique est décrite en s'appuyant sur la configuration expérimentale [37] et le logiciel de traitement des données LaueTools [38] développé sur la ligne française BM32, gérée conjointement par le CEA et le CNRS.

Dans un premier temps, nous présentons la technique de microdiffraction Laue conventionnelle qui permet la mesure absolue de la partie déviatorique du tenseur de déformation élastique. Les limites de cette technique ont conduit au développement d'une méthode de mesure relative et plus résolue : Laue-DIC [39]. Pour terminer, nous verrons quels sont les champs d'application de la microdiffraction Laue.

1.3.1 Mesures absolues par la méthode conventionnelle

Les principes physiques sur lesquels repose la formation des figures de diffraction ont été abordés précédemment (section 1.2.1.1). Dans cette section les caractéristiques du rayonnement utilisé sont présentées, ainsi que la façon dont le diagramme de Laue permet de déterminer la partie déviatorique de la déformation élastique du cristal. Les performances de cette méthode de mesure absolue sont enfin présentées.

1.3.1.1 Caractéristiques du faisceau de rayons X utilisé

Le rayonnement X exploité sur la ligne BM32 est généré au sein d'un aimant de courbure puis est focalisé par un système de miroir pour former une source secondaire [37]. À partir de cette source secondaire, le micro-faisceau utilisé pour sonder l'échantillon est formé par un système optique de Kirkpatrick-Baez (cf. figure 1.20). Avec un réglage soigneux, la section du faisceau sur l'échantillon peut atteindre $0,3 \times 0,3 \mu\text{m}^2$. Le rayonnement polychromatique présente un spectre continu en énergie comme l'illustre la figure 1.21. L'énergie du faisceau focalisé est comprise entre 5 keV et 22 keV.

1.3.1.2 Principe et étapes de la mesure des déformations élastiques déviatoriques

Chaque faisceau diffracté par le cristal qui intercepte le détecteur forme un pic d'intensité dans le diagramme de Laue. Comme le faisceau incident est fixe, la loi de Bragg nous permet de déterminer la direction du vecteur diffraction associé à un faisceau diffracté. D'après la construction d'Ewald, la direction du vecteur de diffraction est aussi une direction particulière du réseau

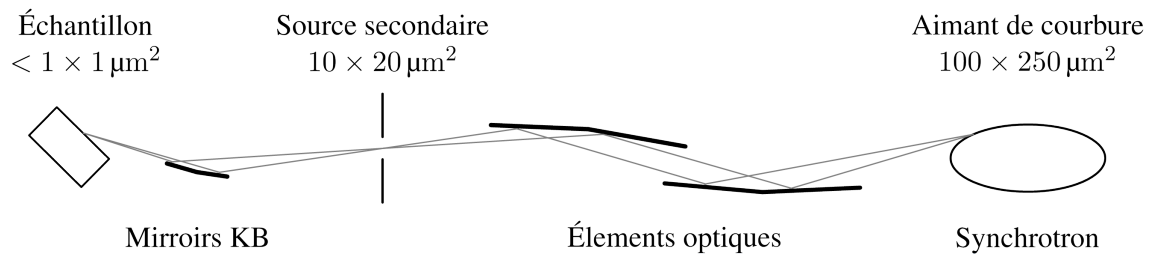


FIGURE 1.20 – Formation du microfaisceau blanc de rayons X depuis la source synchrotron [37].

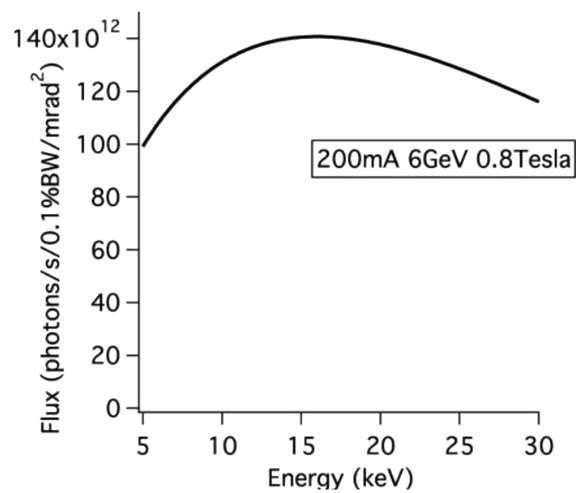


FIGURE 1.21 – Brillance de la source primaire générée par l'aimant de courbure de la ligne BM32 en fonction de son spectre énergétique [37]. La brillance est environ 10^7 fois supérieure à celle d'un tube à rayons X [40].

réciproque de la maille cristalline. En utilisant plusieurs vecteurs de diffraction, il est possible de reconstruire la forme du réseau réci-proque. Cette forme peut alors s'interpréter comme l'effet d'un état mécanique sur le cristal.

Le raisonnement précédent se scinde en plusieurs étapes :

1. Déterminer la position du pic de diffraction dans le diagramme de Laue.
2. Construire la direction du vecteur diffracté, c'est à dire la direction qui joint le volume source de la diffraction et la position du pic de diffraction dans l'image.
3. Calculer la direction du vecteur diffraction avec la loi de Bragg.
4. Attribuer à chaque vecteur diffraction une direction particulière du réseau réci-proque de la maille (indexation du diagramme).
5. Déterminer, à partir des vecteurs de diffraction, l'orientation et la forme du réseau réci-proque.
6. Interpréter la forme du réseau réci-proque comme un état mécanique de la maille cristalline.
7. Exprimer les grandeurs mesurées dans un repère lié à l'échantillon.

Nous allons dans la suite illustrer ces différentes étapes.

1.3.1.3 Déterminer la position du pic de diffraction dans le diagramme de Laue

Sur les éprouvettes monocristallines étudiées au cours de ce travail, détecter et déterminer la position des pics de diffraction ne pose pas de difficulté : l'intensité se répartit de manière homogène autour du maximum (cf. figure 1.22). Pour la majorité des pics, le maximum d'intensité est au moins deux fois supérieur au bruit de fond global du diagramme. Il suffit de seuiller l'image pour déterminer la zone du pic d'intensité. Sa position est ensuite estimée en approchant au mieux la distribution locale d'intensité par une surface gaussienne.

Néanmoins, dans certains cas, la détection des pics de diffraction pose problème. Par exemple, un matériau écroui, avec de forts gradients d'orientation, donnera des taches dont l'intensité se répartit suivant une surface de forme complexe [41, 42]. Les pics peuvent aussi comporter plusieurs maxima locaux. C'est typiquement le cas lorsque le faisceau traverse une couche contrainte en surface, par exemple après implantation ionique de la surface [43]. Dans ces cas problématiques, il faut recourir à des stratégies particulières pour définir le point d'impact des faisceaux diffractés par le détecteur [36, 44]

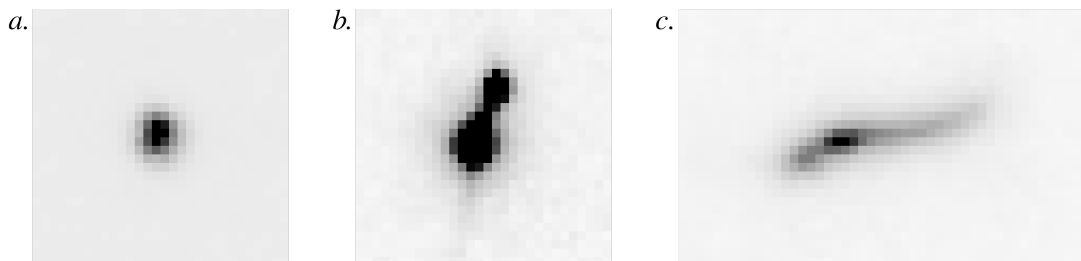


FIGURE 1.22 – Répartition de l'intensité autour d'un pic de diffraction obtenu sur *a.* un monocristal d'acier austénitique *b.* de l'oxyde d'uranium possédant une couche implantée aux ions en surface le matériau et *c.* un polycristal d'alliage base nickel écroui.

1.3.1.4 Construction du vecteur diffraction, définition des paramètres de calibration

Connaissant la position du pic de diffraction dans le diagramme de Laue, il est maintenant nécessaire de construire la direction du faisceau diffracté. Pour cela on doit prendre en compte la géométrie de l'instrument de microdiffraction présentée dans la figure 1.23.

Le faisceau incident de vecteur directeur \underline{u}_i interagit au point O avec le cristal. La source de la diffraction est considérée ponctuelle malgré la pénétration non négligeable du faisceau dans l'échantillon. Le dispositif de microdiffraction possède une table anti-vibration asservie et un microscope optique qui permet d'ajuster la position de l'échantillon de telle manière que O soit toujours situé au même endroit.

Le repère orthonormé de l'instrument \mathcal{R}_{inst} est défini tel que $\underline{X}_{inst} \parallel \underline{u}_i$. On prend \underline{Z}_{inst} dans le plan défini par \underline{X}_{inst} et le vecteur \underline{OC} avec C la projection orthogonale de O sur le détecteur. Le vecteur \underline{Y}_{inst} est choisi de manière à compléter le repère direct. L'orientation du repère attaché aux rangées de pixels du détecteur \mathcal{R}_{cam} se calcule à partir de \mathcal{R}_{inst} en faisant une rotation d'angle β autour de \underline{Y}_{inst} suivie d'une rotation de $\gamma - \frac{\pi}{2}$ autour de \underline{Z}_{cam} .

Cinq paramètres sont utilisés pour positionner le repère de la caméra dans le repère de l'instrument : les angles β et γ , les deux coordonnées de C dans l'image de diffraction et dd , la distance $\|\underline{OC}\|$. Théoriquement un sixième paramètre serait nécessaire mais la géométrie définie plus haut est invariante par une rotation autour de l'axe du faisceau \underline{u}_i . Les cinq paramètres sont considérés comme fixes et sont calibrés sur un cristal dont la maille est connue avec une grande précision. Suite à l'étape de calibration, il est possible d'exprimer la direction d'un faisceau diffracté \underline{u}_f dans \mathcal{R}_{inst} en fonction des coordonnées de P dans l'image. Le détail des calculs est similaire à celui rapporté dans la référence [45].

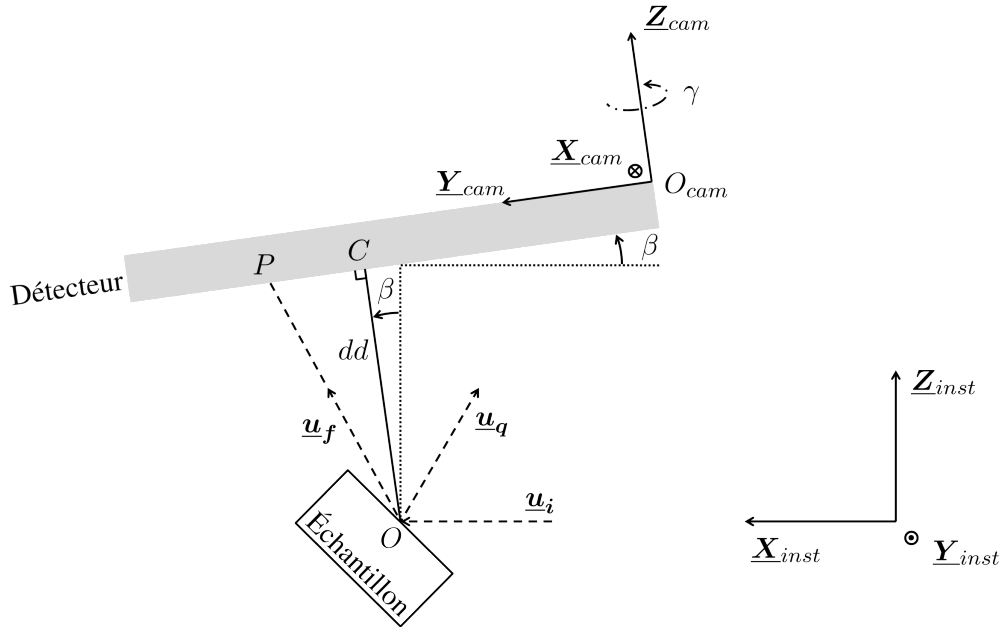


FIGURE 1.23 – Modèle géométrique de l'instrument de microdiffraction permettant d'exprimer la position P d'un pic d'intensité du diagramme de Laue dans le repère de l'instrument. Les paramètres (β, γ, dd) et les coordonnées de C dans l'image (x_C, y_C) sont fixés par calibration.

La direction du vecteur \underline{u}_f est souvent exprimée dans le repère instrument à l'aide de l'angle

de Bragg θ et de χ , l'angle qui définit le plan dans lequel a lieu la diffraction (cf. figure 1.24). De cette façon il est facile de calculer la direction du vecteur diffraction \underline{u}_q associé à \underline{u}_f .

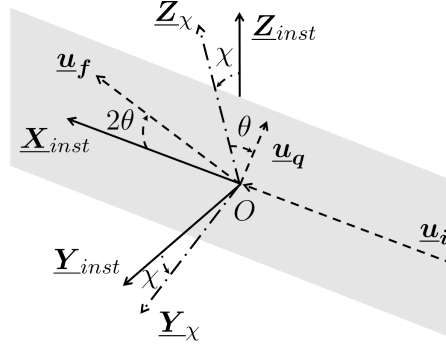


FIGURE 1.24 – Expression de la direction du vecteur diffracté \underline{u}_f selon les angles θ et χ .

1.3.1.5 Indexation du diagramme de Laue

L'indexation du diagramme de Laue est effectuée en calculant les distances angulaires entre les vecteurs de diffraction expérimentaux \underline{u}_q puis en comparant ces distances à celles présentes entre les normales aux plans cristallins d'une structure théorique [38]. Cette étape permet d'attribuer à chaque faisceau diffracté une famille de plan cristallin. En réalité plusieurs choix sont souvent probables. LaueTools sélectionne alors l'indexation associée aux vecteurs de diffraction théoriques qui minimisent la distance angulaire moyenne à l'ensemble des vecteurs expérimentaux. Dans les cristaux cubiques une configuration symétrique quelconque est attribuée par l'algorithme d'indexation.

Les vecteurs particuliers du réseau réciproque (\underline{a}^* , \underline{b}^* , \underline{c}^*) sont donc choisis selon un critère de meilleur accord au diagramme expérimental. En particulier, rien ne garantit qu'une indexation donnée définisse l'orientation d'angle minimal par rapport au repère de l'instrument. Cela peut avoir pour conséquence de décrire deux états mécaniques proches par des mesures de déformation éloignées (cf. figure 1.9). Ce problème n'a pas été rencontré dans notre étude car le déterminisme de l'algorithme d'indexation attribue la même indexation à deux diagrammes ressemblants.

Lorsque plusieurs grains participent à la formation du diagramme, cette étape permet également de regrouper les pics issus du même cristal. La procédure est alors plus complexe et nécessite un critère angulaire pour attribuer chaque pic à une famille de grains. Dans la littérature, des stratégies alternatives d'indexation sont disponibles telles que les comparaisons avec un ensemble de diagrammes synthétiques [46] ou basées sur la transformée de Hough [47].

1.3.1.6 Déterminer la forme du réseau réciproque

Une fois l'étape d'indexation achevée, chaque vecteur diffraction expérimental est associé à une direction unique du réseau réciproque de la maille cristalline. Le réseau réciproque est dans un état déformé (Ω) que l'on peut décrire par une transformation \underline{F}^* depuis un état virtuel au repos (Ω_0). Les axes du repère au repos sont confondus avec ceux de l'instrument de façon à exprimer \underline{F}^* simplement (cf. figure 1.25). Une direction remarquable \underline{u}_{q_0} de Ω_0 sera transformée en \underline{u}_q dans Ω par :

$$\underline{u}_q = \underline{F}^* \cdot \underline{u}_{q_0} \quad (1.37)$$

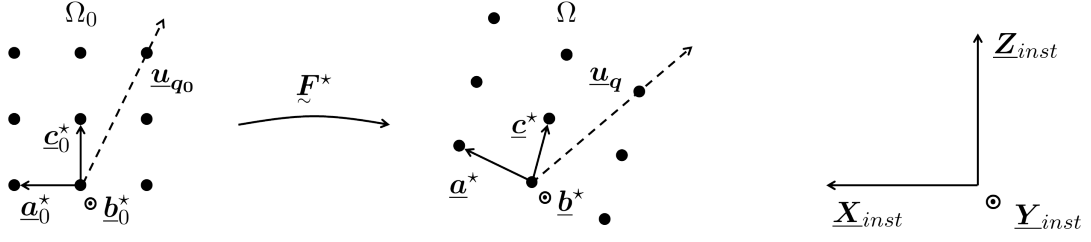


FIGURE 1.25 – Modification des directions remarquables du réseau réciproque sous l'action de la transformation $\tilde{\mathbf{F}}^*$.

Pour une transformation donnée, la relation (1.37) permet de calculer la direction théorique \underline{u}_q^{th} dans Ω d'une direction remarquable \underline{u}_{q0} . Lorsque $\tilde{\mathbf{F}}^*$ décrit la déformation réellement observée alors \underline{u}_q^{th} coïncide avec la direction expérimentale \underline{u}_q^{exp} . Du fait des imperfections de l'expérience, il est seulement possible de déterminer la transformation qui minimise l'écart angulaire entre les directions expérimentales et théoriques. On cherche donc $\tilde{\mathbf{F}}^*$ qui minimise la fonction :

$$\sum_q \|\underline{u}_q^{th} - \underline{u}_q^{exp}\| \quad \text{avec} \quad \|\underline{u}\| = \|\underline{u}(\theta, \chi)\| \quad (1.38)$$

Dans LaueTools, $\tilde{\mathbf{F}}^*$ s'exprime sous une forme décomposée selon la vision du cristallographe présentée en section 1.1.4.4. Dans l'article de référence [48], la décomposition est réalisée dans un formalisme de changement de base équivalent. On a donc :

$$\tilde{\mathbf{F}}^* = \tilde{\mathbf{U}} \cdot \tilde{\mathbf{C}} \quad \text{avec} \quad \tilde{\mathbf{U}}^{-1} = \tilde{\mathbf{U}}^T \quad \text{et} \quad [\tilde{\mathbf{C}}]_{\mathcal{R}_{inst}} = \begin{bmatrix} \cdot & \cdot & \cdot \\ 0 & \cdot & \cdot \\ 0 & 0 & \cdot \end{bmatrix} \quad (1.39)$$

Comme nous disposons seulement des relations angulaires entre les vecteurs du réseau réciproque, il est impossible de déterminer la trace de $\tilde{\mathbf{F}}^*$. Une déformation hydrostatique du réseau réciproque laisse les directions \underline{u}_q inchangées. Pour fixer la trace de $\tilde{\mathbf{F}}^*$, on cherche la transformation associée à la déformation purement déviatorique du cristal, c'est-à-dire qui conserve le volume de la maille cristalline. Il reste donc à déterminer huit inconnues, trois pour décrire la rotation $\tilde{\mathbf{U}}$ et cinq pour décrire la partie déviatorique de $\tilde{\mathbf{C}}$.

En considérant seulement quatre pics de diffraction, il est possible de trouver une solution analytique pour les composantes de $\tilde{\mathbf{F}}^*$ [48, 28]. Dans la pratique, ces composantes sont obtenues en optimisant les inconnues de manière à minimiser la fonction (1.38). Lors de l'indexation, une première estimation de l'orientation du cristal a été effectuée. On dispose donc d'un tenseur $\tilde{\mathbf{U}}$ qui sert de point de départ pour l'algorithme de minimisation et qui est initialement imposé égal à $\tilde{\mathbf{I}}$.

1.3.1.7 Calcul du tenseur des déformations élastiques

À partir de $\tilde{\mathbf{F}}^*$ et connaissant le paramètre de maille du cristal au repos, il est possible de construire la maille élémentaire du réseau réciproque. Les vecteurs \underline{a} , \underline{b} et \underline{c} de la maille sont ensuite calculés dans l'espace direct. Ils s'interprètent comme le résultat d'une transformation $\tilde{\mathbf{F}}$ des vecteurs de la maille de référence dans Ω_0 (cf. figure 1.26). La base orthogonale associée au cristal (\underline{a}' , \underline{b}' , \underline{c}') est construite suivant la procédure d'orthonormalisation du cristallographe (cf.

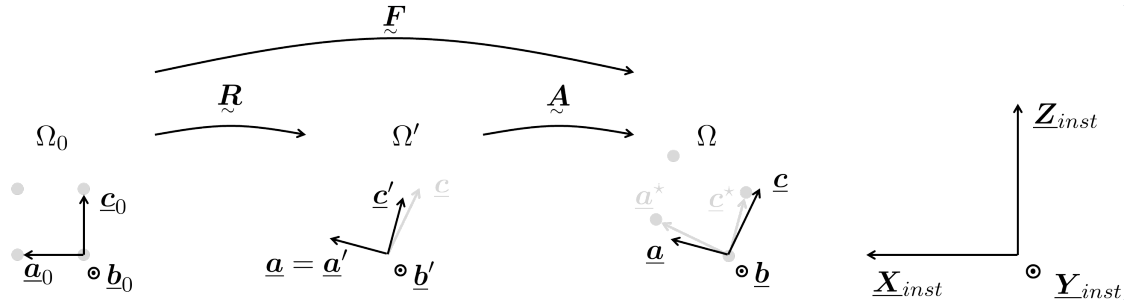


FIGURE 1.26 – Décomposition de \tilde{F} , la transformation dans l'espace direct de la maille cristalline, utilisée pour calculer le tenseur des déformations élastiques.

section 1.1.4.4). Ce processus définit la transformation \tilde{A} , la rotation \tilde{R} donne l'orientation du repère $(\underline{a}', \underline{b}', \underline{c}')$ par rapport à $(\underline{a}_0, \underline{b}_0, \underline{c}_0)$. En notant \mathcal{R}' le repère orthonormé associé à $(\underline{a}', \underline{b}', \underline{c}')$, on a :

$$\tilde{F} = \tilde{A} \cdot \tilde{R} \quad \text{avec} \quad \tilde{R}^{-1} = \tilde{R}^T \quad \text{et} \quad [\tilde{A}]_{\mathcal{R}'} = \begin{bmatrix} \cdot & \cdot & \cdot \\ 0 & \cdot & \cdot \\ 0 & 0 & \cdot \end{bmatrix} \quad (1.40)$$

Dans LaueTools, la transformation élastique employée pour réaliser la mesure de déformation est \tilde{A} . Cette transformation est infinitésimale car la déformation élastique est généralement inférieure à 0,1% et la rotation associée à l'orthonormalisation est du même ordre de grandeur. On s'autorise à utiliser le tenseur des petites déformations $\underline{\varepsilon}$ pour quantifier la déformation. Dans le cas cubique, on obtient :

$$\underline{\varepsilon} = \frac{1}{2} (\tilde{A}^T + \tilde{A}) - \tilde{I} \quad (1.41)$$

La valeur de la trace de \tilde{F}^* (resp. \tilde{F} ou \tilde{A}) est arbitrairement fixée durant la procédure. En réalité, la mesure porte uniquement sur la partie déviatorique $\underline{\varepsilon}^*$ du tenseur des déformations. Le cliché de diffraction nous permet d'observer la direction des faisceaux diffractés mais pas leur énergie.

1.3.1.8 Calcul du tenseur des contraintes

Comme la transformation \tilde{A} est infinitésimale, il n'est pas utile de faire la différence entre la configuration de référence (Ω') et la configuration actuelle (Ω). Il est donc possible d'écrire directement la loi d'élasticité entre $\underline{\varepsilon}$ et $\underline{\sigma}$ dans \mathcal{R}' . Dans le cas cubique cette loi lie aussi les parties déviatoriques $\underline{\varepsilon}^*$ et $\underline{\sigma}^*$ des tenseurs :

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx}^* \\ \sigma_{yy}^* \\ \sigma_{zz}^* \\ \sigma_{yz}^* \\ \sigma_{zx}^* \\ \sigma_{xy}^* \end{bmatrix}_{\mathcal{R}'} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx}^* \\ \varepsilon_{yy}^* \\ \varepsilon_{zz}^* \\ 2 \times \varepsilon_{yz}^* \\ 2 \times \varepsilon_{zx}^* \\ 2 \times \varepsilon_{xy}^* \end{bmatrix}_{\mathcal{R}'} \quad (1.42)$$

1.3.1.9 Expression des grandeurs dans le repère échantillon

Pour exprimer le tenseur de déformation (resp. de contrainte) dans le repère de l'instrument on utilise la relation de changement de base suivante :

$$[\tilde{\varepsilon}^*]_{\mathcal{R}_{inst}} = [\tilde{\mathbf{R}}]_{\mathcal{R}_{inst}} [\tilde{\varepsilon}^*]_{\mathcal{R}'} [\tilde{\mathbf{R}}]_{\mathcal{R}_{inst}}^T \quad (1.43)$$

On peut ensuite transporter $\tilde{\varepsilon}^*$ vers un repère lié à l'échantillon. Dans la configuration expérimentale standard utilisée dans ce manuscrit l'échantillon est incliné de 40° (cf. figure 1.27). Le repère est défini dans LaueTools de manière naturelle par rapport à l'image enregistrée par le microscope optique qui est utilisé pour positionner l'échantillon dans le dispositif de microdiffraction Laue.

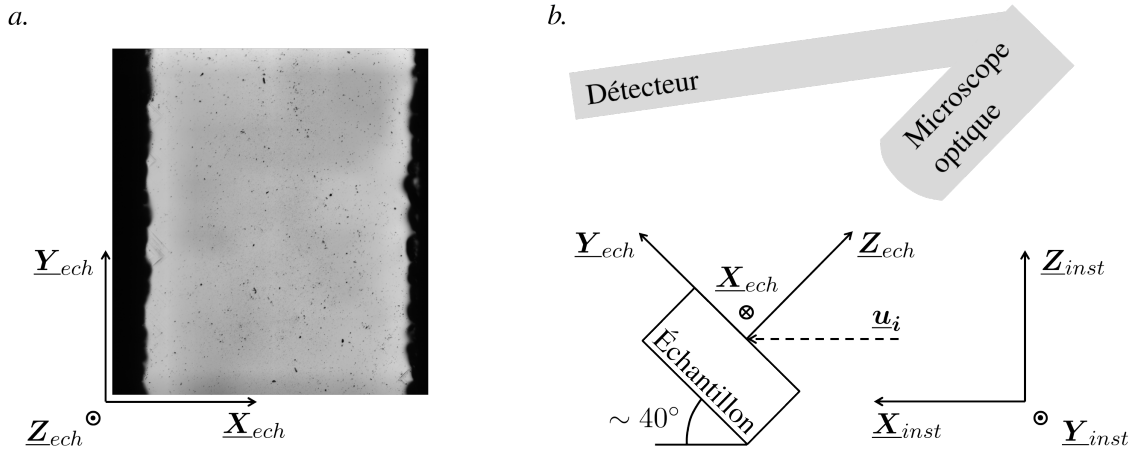


FIGURE 1.27 – *a.* Définition du repère échantillon dans LaueTools par rapport à l'image observée par le microscope optique. Ici, la surface de l'échantillon (en gris clair) est alignée avec les axes de l'image. *b.* Configuration expérimentale utilisée pour les expériences rapportées dans ce manuscrit.

1.3.1.10 Performances de la méthode conventionnelle

En microdiffraction Laue, la résolution spatiale latérale est donnée par la section du faisceau incident, éventuellement corrigée de l'angle de tilt, soit au mieux $0,3 \times 0,3 \mu\text{m}^2$ sur le dispositif de la ligne BM32 à l'ESRF. La profondeur de pénétration du faisceau est fortement dépendante du matériau observé et de la longueur d'onde incidente considérée. Pour du fer pur à 5 keV, le rayonnement pénètre à une profondeur d'environ $9 \mu\text{m}$ tandis qu'à 22 keV la profondeur atteinte est de $68 \mu\text{m}$ [49]. La distance de pénétration est une fonction discontinue de l'énergie. Ainsi, chaque pic de diffraction provient de la diffraction d'un volume source de hauteur différente. La profondeur moyenne du volume de diffraction est comprise entre $5 \mu\text{m}$ et $40 \mu\text{m}$ dans le cas des aciers austénitiques.

La résolution de la mesure sur les composantes de $\tilde{\varepsilon}^*$ et $\tilde{\mathbf{R}}$ est généralement estimée entre 10^{-4} et $2 \cdot 10^{-4}$ [37]. Pour obtenir une résolution de 10^{-4} sur les composantes du tenseur $\tilde{\varepsilon}^*$, il faut être capable de mesurer la direction des faisceaux diffractés \underline{u}_f avec une résolution angulaire de 1 mrad sur 2θ et χ [29]. Pour les deux détecteurs MARCCD et VHR disponibles sur la ligne BM32 de l'ESRF, placés à une distance $dd = 60 \text{ mm}$ de l'échantillon, cela revient à déterminer

la position des pics de diffraction dans l'image avec une erreur δ_p inférieure respectivement à 0,08 pixel et 0,2 pixel.

Dans des conditions optimales, par exemple sur un matériau semi-conducteur au comportement purement élastique, la fidélité de la technique (cf. annexe A), peut atteindre $5 \cdot 10^{-5}$ [16]. Il faut noter que chaque composante du tenseur $\underline{\varepsilon}^*$ est déterminée avec une justesse et une fidélité différentes. La mesure des cisaillements est en particulier plus incertaine que celle des composantes de traction/compression, en raison du bruit de mesure et du nombre limité de pics collectés par le détecteur [17].

La justesse des mesures (cf. annexe A) est une notion difficile à quantifier par nature. Il existe en effet peu de cas expérimentaux pour lesquels la valeur attendue est connue à l'avance. Dans les matériaux semi-conducteurs au comportement purement élastique, l'état de déformation local est parfois accessible en raison de l'absence de déformation plastique. Les profils de déformation présents dans un monocristal de silicium sollicité en flexion ont été rapportés [16]. Dans cette étude l'accord entre les gradients de déformation et leur valeur théorique a été calculé, puis la fidélité de la mesure a été caractérisée. Les valeurs acquises (et non leur gradient) ont été comparées à la prédiction d'un modèle éléments finis dans un autre étude [39]. La figure 7 de ce dernier article montre que la justesse obtenue est de l'ordre de 10^{-4} , lorsqu'on observe les écarts systématiques entre le profil théorique et expérimental. Malheureusement seul l'écart type (et non la moyenne) des écarts entre le modèle et les données est rapporté, caractérisant ainsi la fidélité de la mesure.

La justesse des mesures dépend fortement de la calibration. Dans notre première étude avec le détecteur VHR de petit diamètre, plusieurs calibrations soignées ont conduit à mesurer des déformations proches avec des erreurs systématiques pouvant atteindre $2 \cdot 10^{-4}$ sur les composantes de traction et $5 \cdot 10^{-4}$ sur les composantes de cisaillement.

La justesse attendue dépend aussi de la zone considérée dans l'échantillon. Lors de la mesure de $\underline{\varepsilon}^*$, on dispose d'une estimation de la distance moyenne entre la position des pics de diffraction théoriques et la position des pic expérimentaux. Lorsque cette distance ("pixdev") est comparable à δ_p alors le modèle théorique décrit suffisamment bien l'expérience pour espérer obtenir une justesse de 10^{-4} . Pour les expériences rapportées dans ce manuscrit, les valeurs de "pixdev" calculées restent généralement proches de δ_p .

Le formalisme de transformation infinitésimale, utilisé pour calculer le tenseur de déformation, est légitime car l'erreur associée à cette approximation reste négligeable devant les valeurs mesurées. En effet, les déformations élastiques ne dépassent généralement pas 10^{-3} . L'utilisation du tenseur des petites déformations introduit des erreurs d'approximation de l'ordre de 10^{-6} [25].

1.3.2 Mesures relatives, résolues en profondeur ou en énergie

La technique de microdiffraction Laue conventionnelle, décrite précédemment, présente plusieurs limites :

- La technique ne permet une mesure exacte que lorsque les pics de diffraction possèdent une forme particulière qu'il est facile de décrire par une fonction analytique. Dans la pratique, la forme des taches s'éloigne du cas idéal en présence de plasticité. Il est donc rare de pouvoir mesurer avec une bonne exactitude l'état de déformation élastique dans les matériaux industriels.
- La justesse de la mesure est très sensible à la calibration.
- La résolution spatiale est donnée par la profondeur de pénétration des rayons X dans la matière. Généralement cette profondeur est très grande devant la section du faisceau inci-

dent.

- Seule la partie déviatorique $\tilde{\varepsilon}^*$ de $\tilde{\varepsilon}$ est accessible.

La recherche du dépassement de ces limites a donné lieu à plusieurs extensions de la méthode conventionnelle. Parmi elles, Laue-DIC permet une mesure relative des déformations plus résolue que la microdiffraction Laue. Cette technique s'affranchit de la dépendance à la forme des pics de diffraction et réduit la dépendance aux paramètres de calibration. Dans la suite, nous aborderons les mesures réalisées avec une résolution spatiale maîtrisée en profondeur, ainsi que les méthodes résolues en énergie pour accéder à la partie hydrostatique de la déformation.

1.3.2.1 Mesures relatives par Laue-DIC

Laue-DIC [39] est une technique récente, développée au sein de l'ANR Microstress. Elle permet une mesure relative de l'état de déformation avec une fidélité sur les composantes du tenseur $\tilde{\varepsilon}^*$ de l'ordre de 10^{-5} . A priori, cette performance est conservée quelle que soit la forme des pics de diffraction, i.e. même en présence d'un écrouissage important du matériau.

Par corrélation d'images numériques (CIN), il est possible de déterminer le déplacement d'un pic de diffraction de forme quelconque entre deux diagrammes de Laue similaires. En microdiffraction Laue, la position d'un pic est estimée au mieux à 0,1 pixel près. Par CIN, le déplacement de ce pic entre deux diagrammes est déterminé à moins de 0,05 pixel près. Cet écart sur l'exactitude de la mesure expérimentale est à l'origine de la performance de la méthode Laue-DIC.

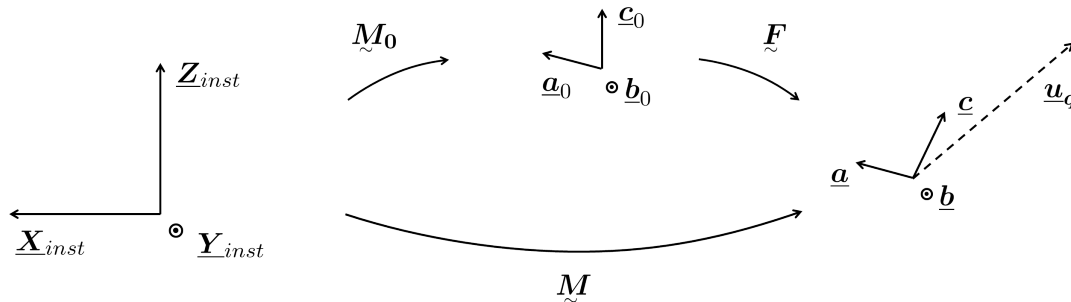


FIGURE 1.28 – Transformations associées à la mesure relative Laue-DIC.

Comme l'illustre la figure 1.28, Laue-DIC s'intéresse à la transformation \tilde{F} qui relie deux mailles cristallines physiques déformées de façon différente. Le cristal $(\underline{a}_0, \underline{b}_0, \underline{c}_0)$ est pris comme référence et on cherche à quantifier la déformation de $(\underline{a}, \underline{b}, \underline{c})$ par rapport à cette référence. Les transformations \tilde{M}_0 et \tilde{M} permettent de positionner les deux cristaux par rapport au repère de l'instrument. Ces transformations sont aussi celles qui permettent de quantifier la déformation absolue et l'orientation du cristal.

Les diagrammes de Laue issus du point de référence et de mesure sont acquis dans la même configuration expérimentale. Typiquement, on utilise la platine pour translater l'échantillon sous le faisceau et amener successivement le point d'intérêt en O . À la suite des étapes conventionnelles d'indexation et de raffinement, il est possible d'exprimer la position de chaque spot \underline{p}^{hkl} sur le détecteur par une fonction f qui dépend de l'état de la maille cristalline. La fonction f tient compte du réseau réciproque de la maille et de la calibration de l'instrument. En particulier pour le point de référence :

$$\underline{p}_0^{hkl} = f(\tilde{M}_0, (h, k, l)) \quad (1.44)$$

Pour un incrément de déformation $\tilde{\mathbf{F}}$ à partir de $\tilde{\mathbf{M}}_0$, on peut estimer la position théorique $\underline{\mathbf{p}}_{th}^{hkl}$ de ce pic dans une nouvelle image avec :

$$\underline{\mathbf{p}}_{th}^{hkl} = f(\tilde{\mathbf{F}} \cdot \tilde{\mathbf{M}}_0, (h, k, l)) \quad (1.45)$$

Cette position peut s'exprimer comme un déplacement $\delta \underline{\mathbf{p}}_{th}^{hkl}$ depuis $\underline{\mathbf{p}}_0^{hkl}$:

$$\underline{\mathbf{p}}_{th}^{hkl} = \underline{\mathbf{p}}_0^{hkl} + \delta \underline{\mathbf{p}}_{th}^{hkl} \quad (1.46)$$

Par corrélation d'images, on réalise une mesure du déplacement du pic entre les deux diagrammes expérimentaux $\underline{\mathbf{p}}_{exp}^{hkl}$. Cette position s'exprime comme un déplacement depuis $\underline{\mathbf{p}}_0^{hkl}$:

$$\underline{\mathbf{p}}_{exp}^{hkl} = \underline{\mathbf{p}}_0^{hkl} + \delta \underline{\mathbf{p}}_{exp}^{hkl} \quad (1.47)$$

D'une façon similaire à la méthode conventionnelle, on cherche à présent la transformation $\tilde{\mathbf{F}}$ qui décrit au mieux la position de tous les pics de diffraction dans la nouvelle image. C'est-à-dire la transformation qui minimise la fonction :

$$\sum_q ||\underline{\mathbf{p}}_{th}^{hkl} - \underline{\mathbf{p}}_{exp}^{hkl}||^2 \quad (1.48)$$

soit en éliminant $\underline{\mathbf{p}}_0^{hkl}$:

$$\sum_q ||\delta \underline{\mathbf{p}}_{th}^{hkl} - \delta \underline{\mathbf{p}}_{exp}^{hkl}||^2 \quad (1.49)$$

La fonction de minimisation (1.49) porte sur les valeurs de déplacement, qui sont mesurées avec une incertitude plus faible que les positions. La fonction permet donc de déterminer $\tilde{\mathbf{F}}$ avec moins d'incertitudes que lors de la mesure absolue. Elle ne nécessite par ailleurs pas directement une bonne connaissance de la configuration de référence. Un algorithme de Levenberg-Marquardt est utilisé pour optimiser les huit paramètres de la partie déviatorique $\tilde{\mathbf{F}}^*$ de $\tilde{\mathbf{F}}$. Le déviateur de la déformation $\tilde{\mathbf{E}}^*$ et la rotation du cristal sont enfin calculés suivant la décomposition polaire, en particulier :

$$\tilde{\mathbf{E}}^* = \frac{1}{2} (\tilde{\mathbf{F}}^{*T} \cdot \tilde{\mathbf{F}}^* - \tilde{\mathbf{I}}) \quad (1.50)$$

1.3.2.2 Comparaison des mesures relatives et absolues

Un avantage du Laue-DIC est de pouvoir obtenir une mesure de déformation relative exacte même en ne possédant qu'une approximation de la forme de la maille de référence. La technique est donc très efficace pour étudier les gradients de déformation intragranulaires dans la mesure où le diagramme de mesure reste comparable au diagramme de référence. Cependant, il est parfois utile d'avoir une notion de la valeur absolue de la déformation : e.g. pour comparer deux grains adjacents désorientés lorsqu'il est impossible de comparer tous les points de mesure à un même diagramme de référence.

On peut se demander si la mesure de déformation relative par rapport à un point du cristal non contraint est équivalente à une mesure de déformation absolue. En supposant que le cristal physique de référence possède effectivement la symétrie cubique, on remarque que la mesure de déformation en microdiffraction Laue n'est pas identique à celle utilisée en Laue-DIC. Dans

le cas absolu, la déformation associée à l'orthonormalisation du cristallographe est considérée. Dans le cas relatif la transformation depuis la maille de référence est utilisée. Cependant, les deux mesures de déformation coïncident cependant dans le cas des petites transformations. Dans ce cas, la déformation évaluée dans le repère orthogonal local du cristal est peu modifiée par le changement de base vers le repère du cristal de référence et les deux valeurs sont proches.

1.3.2.3 Mesures résolues en profondeur

Dans la méthode conventionnelle, on considère que le diagramme de Laue est issu d'une source ponctuelle unique. En réalité, la pénétration du faisceau incident de rayons X n'est généralement pas négligeable. La figure observée provient de la superposition de signaux issus de sources situées à différentes profondeurs dans l'échantillon (cf. figure 1.29). En positionnant un fil opaque entre le détecteur et l'échantillon, il est possible de créer une ombre sur le détecteur qui renseigne sur la contribution des différentes sources à l'intensité des pics de diffraction. En bougeant le fil, on est capable de déterminer la répartition de l'intensité issue de chaque source. Par reconstruction du diagramme de Laue généré par chaque source, on réalise une mesure avec une résolution spatiale maîtrisée en profondeur de l'ordre du micron.

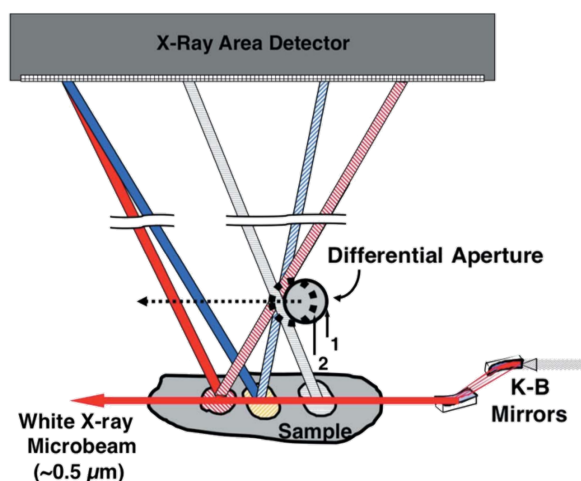


FIGURE 1.29 – Schéma de principe de la décomposition du signal en profondeur dans l'échantillon d'après [14].

Cette technique a été introduite sous le nom de DAXM [50] et se rencontre sous la terminologie actuelle de 3DXM [14]. Elle est développée sur la ligne BM32 à l'ESRF dans le cadre du travail de thèse de J.-B. Marijon [51].

1.3.2.4 Mesures de la partie hydrostatique du tenseur, résolues en énergie

Pour mesurer la partie hydrostatique du tenseur $\underline{\varepsilon}$, il faut déterminer la taille de la maille cristalline. Cette taille est fixée par un des trois paramètres de maille ou de manière équivalente par la connaissance d'une distance inter-réticulaire d_{hkl} . D'après la loi de Bragg (1.34), il est possible de mesurer d_{hkl} si la longueur d'onde λ du faisceau diffracté est connue.

La première stratégie permettant de connaître la longueur d'onde du faisceau diffracté consiste à utiliser un faisceau incident monochromatique [52]. L'énergie exacte correspondant à la loi de

Bragg est déterminée en maximisant l'intensité du faisceau diffracté par un balayage en énergie du faisceau incident. L'utilisation de cette technique pour mesurer ε reste complexe car il est nécessaire d'alterner entre les réglages polychromatique et monochromatique, tout en gardant un faisceau incident identique en taille, position et direction [29].

La deuxième stratégie consiste en la mesure de l'énergie d'un pic de diffraction en utilisant un détecteur ponctuel résolu en énergie [53]. La partie hydrostatique de ε est déterminée avec une incertitude d'environ $\pm 10^{-4}$. Il est nécessaire de calibrer le détecteur et d'ajuster son positionnement à chaque cliché de diffraction afin d'acquérir le spectre en énergie. L'ensemble de la procédure est donc coûteuse en temps.

La troisième stratégie consiste à prélever dans le spectre polychromatique une énergie de manière contrôlée (cf. figure 1.30). Lorsque l'énergie prélevée correspond à l'énergie d'un pic de diffraction, l'intensité de ce dernier chute dans le diagramme de Laue. On détermine ainsi λ . La méthode originale [54] utilise une lame de diamant placée dans le faisceau incident. Ce cristal parfait à la structure cristalline connue permet d'éliminer par diffraction plusieurs longueurs d'onde. Cette méthode "arc-en-ciel" a permis de caractériser le paramètre de maille d'un échantillon de germanium avec une erreur relative de $0,6 \times 10^{-4}$ et une fidélité de 1×10^{-4} , ce qui est compatible avec la résolution des mesures de ε^* obtenues par microdiffraction standard.

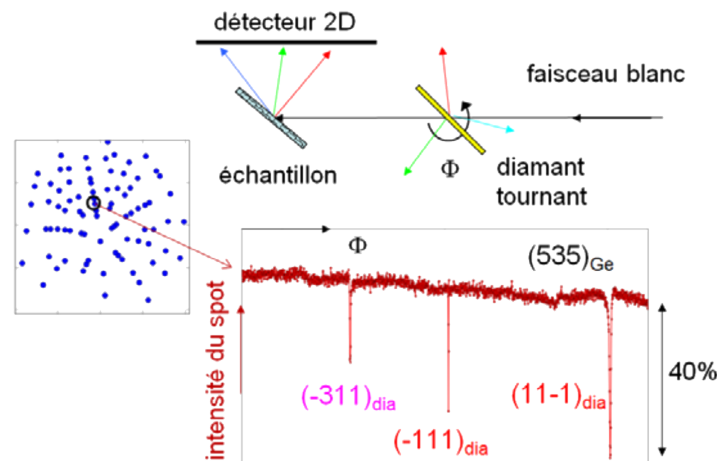


FIGURE 1.30 – Principe de la méthode "arc-en-ciel", résolue en énergie, permettant la mesure de la partie hydrostatique du tenseur ε d'après [29].

1.3.3 Champs d'applications

Les premières mesures de déformations élastiques par microdiffraction Laue ont été réalisées au début des années 2000 sur des matériaux de l'industrie microélectronique. La technique a principalement été validée sur des monocristaux de silicium [50] et de germanium [48]. Les premières mesures applicatives ont été mises en œuvre sur des lignes d'interconnexion en aluminium et en cuivre [55, 56] ainsi que des couches minces [57, 58, 59, 60]. Une étude sur un matériau ferro-électrique (BaTiO_3) a également été rapportée [61].

Les expériences réalisées ensuite sur des échantillons métalliques cherchent principalement à déterminer les gradients d'orientation en lien avec les densités de dislocations présentes dans le matériau. Ces gradients d'orientation sont déterminés à partir de la forme des pics de diffraction ou

en utilisant la technique résolue en profondeur. Dans ces cas, les déformations élastiques ne sont pas rapportées. Des échantillons avec des microstructures modèles sont étudiés : monocristaux de cuivre, d'aluminium [62, 63, 64], monocristaux sous forme de micropiliers [65, 66, 67, 68, 69, 70] ou de fils [71], bicristaux de nickel [72], tricristaux d'aluminium [73] et de cuivre [28]. Des mesures sur des matériaux industriels sont réalisées : nickel [41, 74], cuivre [75], titane [36, 76], superalliages base nickel et aciers ferritiques [77, 78]. Citons également les travaux réalisés sur une couche implantée d' UO_2 [43] et sur un matériau multicouche pour la fabrication de piles à combustibles [79, 80].

Un nombre réduit d'études traite des mesures de déformations élastiques dans des échantillons métalliques [13, 81, 17, 82, 83, 84]. Des valeurs élevées sont souvent rapportées avec par exemple : des contraintes supérieures à 500 MPa dans un monocristal de cuivre déformé de 10 % en compression [13] ou des déformations élastiques supérieures à 1 % à proximité d'une fissure dans un alliage base nickel [82]. Il est probable que ces valeurs inattendues proviennent d'artefacts liés à la forme des pics de diffraction plutôt que de l'état mécanique du matériau [14]. L'existence de ces artefacts impose de bien maîtriser les incertitudes liées à l'expérience et de faire le lien avec les grandeurs mécaniques connues du matériau. Des études ont été menées avec cette préoccupation sur un acier inoxydable 304 et des échantillons de silicium monocristallin [16, 17, 50, 85, 39]. La mise en œuvre de plusieurs techniques de mesure sur le même matériau est aussi un moyen de contrôler la pertinence des résultats [79].

Certains travaux de la littérature, présentés dans la suite, s'approchent de notre objectif d'utiliser les mesures de déformations élastiques pour étudier la loi de comportement du matériau à l'échelle du grain.

L'utilisation de simulations éléments finis pour mieux appréhender les résultats expérimentaux est une pratique courante. La comparaison entre expérience et simulation est généralement réalisée sur des valeurs de désorientation locale (ou densités de dislocations géométriquement nécessaires) [72, 76] ou sur l'activation des systèmes de glissement [68]. Les paramètres de la loi de comportement sont alors déterminés indépendamment des mesures réalisées en microdiffraction Laue. Un premier travail [71] emploie néanmoins une mesure expérimentale de rotation pour ajuster la géométrie et les conditions aux limites d'un modèle éléments finis. Le comportement du matériau étant supposé élastique, une borne inférieure de la limite d'élasticité est également estimée dans cette étude.

La comparaison entre champs de déformations élastiques expérimentaux et théoriques (analytiques ou numériques) a été utilisée dans le cas d'essais de flexion quatre points sur monocristaux de silicium [16, 39, 50]. Cependant dans ces cas, le comportement du matériau est supposé connu et la comparaison sert à qualifier les mesures.

L'utilisation conjointe des techniques de corrélation d'images et de mesure de déformations élastiques est présente dans le travail [13]. Néanmoins, les deux mesures ne sont en réalité pas réalisées à la même échelle. La mesure du champ de déformation totale par corrélation d'images numériques est utilisée pour délimiter des zones d'activation des systèmes de glissement. La mesure du champ de déformation élastique est réalisée à une échelle plus fine. Il n'y a pas réellement couplage des champs en vue de leur utilisation pour étudier le comportement mécanique. La sollicitation mécanique est en outre réalisée ex-situ de l'instrument de microdiffraction et seules les contraintes résiduelles sont estimées.

Bilan

La microdiffraction permet la mesure de la partie déviatorique du tenseur des déformations élastiques (i) de manière absolue avec une justesse optimale de 10^{-4} et une fidélité optimale de $5 \cdot 10^{-5}$ ou (ii) de manière relative, en utilisant la technique Laue-DIC, avec une fidélité et une justesse de l'ordre de 10^{-5} . Dans le cas d'une mesure absolue, la justesse de la mesure est dépendante de la qualité du cristal (qui diminue en présence de plasticité) et de la calibration du dispositif de microdiffraction.

La résolution spatiale latérale en surface de l'échantillon est généralement comprise entre $0,3 \mu\text{m}$ et $1 \mu\text{m}$. La résolution spatiale en profondeur, $40 \mu\text{m}$ dans le cas des aciers austénitiques, est donnée par la pénétration des rayons X.

1.4 L'EBSD à haute résolution angulaire

L'EBSD à haute résolution angulaire est une technique de microscopie électronique à balayage basée sur la diffraction des électrons rétrodiffusés. Elle étend la méthode EBSD conventionnelle (mesure absolue des orientations) à la mesure relative de l'état de déformation élastique dans le cristal. Après un bref rappel de la configuration expérimentale, nous décrirons les verrous à la mesure absolue des déformations élastiques en EBSD. La méthode relative sera ensuite introduite avant de parcourir les champs d'application de la technique.

1.4.1 Principe et limites des mesures absolues par EBSD

Les principes physiques de formation de la figure de diffraction ont été abordés dans la section 1.2.1.2. On s'intéresse ici aux conditions expérimentales de l'acquisition de la figure. Extraire de l'information sur le cristal à partir d'un cliché de bandes est complexe. Par transformée de Hough, il est possible d'accéder à l'orientation du cristal mais difficilement à la déformation élastique. Plusieurs stratégies de mesure absolue des déformations sont aujourd'hui explorées mais leur application aux diagrammes expérimentaux reste problématique.

1.4.1.1 Configuration expérimentale

Le système d'acquisition EBSD est un équipement standard du microscope électronique à balayage (MEB). La technique et ses applications sont présentées dans les ouvrages [86, 87]. Dans cette section, on rappelle quelques principes et grandeurs caractéristiques appliqués aux aciers austénitiques, en suivant le raisonnement de la thèse [11].

En EBSD, l'échantillon est tilté dans le microscope, généralement à 70° . L'inclinaison de la surface permet d'obtenir un signal de sortie avec un spectre en énergie quasi-monochromatique (cf. figure 1.31). Le cliché de diffraction est plus net, avec des bandes mieux définies, car le spectre de longueurs d'onde qui contribue à la figure de diffraction est limité. La tension d'accélération choisie pour le faisceau incident est généralement 20 keV. Cette valeur correspond à un compromis entre résolution spatiale (meilleure à faible tension d'accélération) et rapport signal sur bruit dans la figure de diffraction (meilleur à forte tension d'accélération).

Comme l'illustre la figure 1.32, la résolution spatiale de la mesure est anisotrope. Elle est trois fois plus faible suivant l'axe de tilt \underline{x} que dans la direction perpendiculaire \underline{y} .

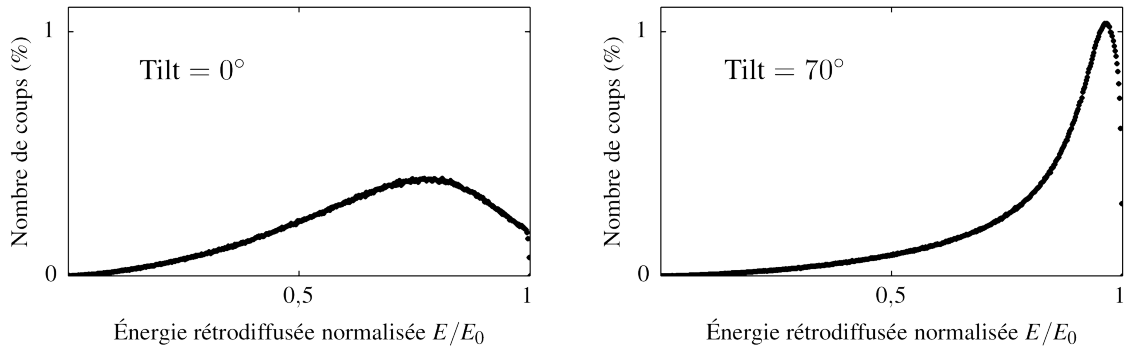


FIGURE 1.31 – Influence du tilt sur la distribution énergétique E des électrons rétrodiffusés. Simulations Monte-Carlo réalisées à l’aide du logiciel CASINO v4.48 [88] : acier austénitique Fe-0,18Ni-0,14Cr-0,02Mo (% en poids), 10 millions d’électrons, énergie incidente $E_0 = 20$ keV.

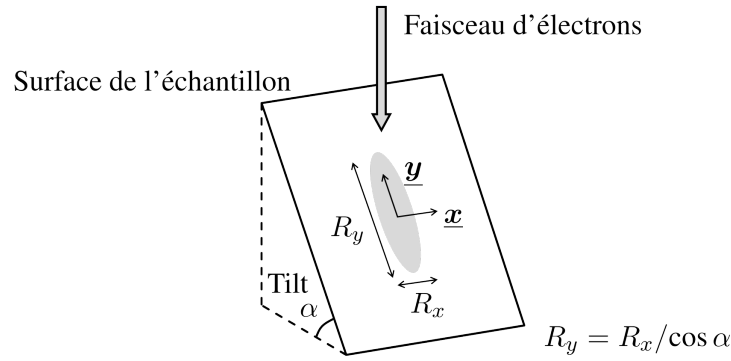


FIGURE 1.32 – Résolution spatiale de la mesure en EBSD d’après [11].

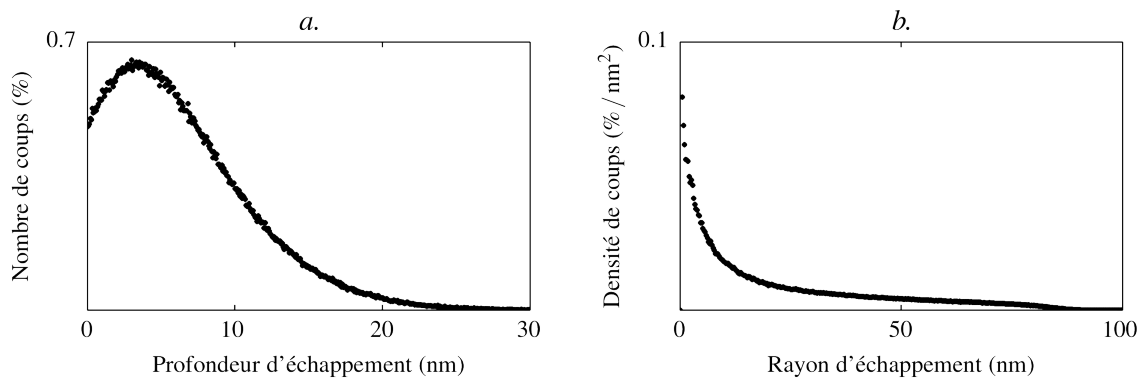


FIGURE 1.33 – Estimation des dimensions du volume diffractant par simulations Monte-Carlo. *a.* Quantité normalisée d’électrons en fonction de la profondeur d’échappement. *b.* Quantité normalisée d’électrons par unité de surface en fonction de la distance au point d’impact du faisceau. Simulations CASINO v4.48 [88] : acier modèle Fe-0,18Ni-0,14Cr-0,02Mo (% en poids), 10 millions d’électrons, énergie incidente de 20 keV avec une perte maximale de 600 eV, tilt de 70°.

Il est possible d'estimer la taille du volume source de la diffraction par simulation Monte-Carlo [11], même si cette approche comporte des imperfections [31]. Les électrons qui contribuent à la formation de la figure de diffraction ont une énergie proche de la tension d'accélération. Suivant les auteurs, la perte énergétique maximale de ces électrons est estimée entre 250 eV et 600 eV [89, 90, 91]. En considérant une perte majorante de 600 eV, la simulation Monte-Carlo réalisée sur un acier austénitique donne les résultats présentés en figure 1.33. La taille du volume diffractant est donc estimé à $90 \times 30 \text{ nm}^2$ latéralement (en tenant compte du tilt) et 25 nm en profondeur.

1.4.1.2 Limites de l'exploitation directe du cliché de bandes

Le cliché de Kikuchi est a priori plus complexe à exploiter que le diagramme de Laue. Dans le diagramme de Laue, chaque pic de diffraction est facilement détectable. Il est associé directement à un plan diffractant. En EBSD, les éléments caractéristiques associés aux plans cristallins sont les bandes de Kikuchi. Ces bandes s'entrecroisent et leur détection automatique directe est une tâche complexe.

Dans les systèmes actuels, les bandes sont détectées par transformée de Hough [92]. Cette opération mathématique permet de transformer la figure de diffraction en une image dans laquelle chaque bande est représentée par un pic d'intensité. En détectant le pic d'intensité avec un filtre en forme de losange, on détermine instantanément la position de la bande dans le cliché. Il est possible de calculer ensuite les angles entre bandes de Kikuchi et de comparer ces valeurs à celles théoriques d'une structure cristalline donnée. Cette procédure permet d'indexer le cliché de diffraction et donc de déterminer l'orientation du cristal. Une vue d'ensemble de la transformée de Hough en EBSD est présentée dans l'annexe A de la référence [11].

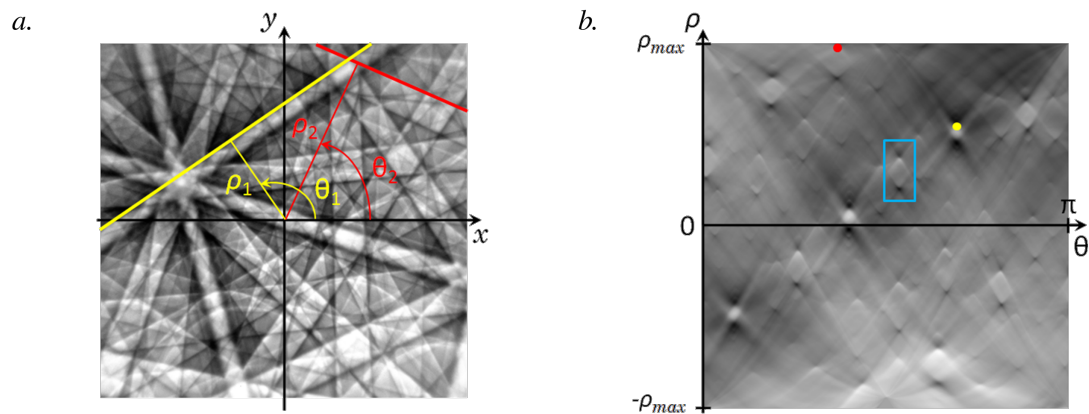


FIGURE 1.34 – Principe de la transformée de Hough d'après [11]. *a.* Cliché expérimental et *b.* sa transformée de Hough. À une droite de l'image de départ correspond un point dans l'espace de Hough. Une bande de Kikuchi est transformée en un losange de forte intensité (en bleu).

La détection des bandes par transformée de Hough permet de déterminer l'orientation du cristal avec une incertitude de l'ordre de $0,5^\circ$. Ce niveau d'incertitude n'est malheureusement pas suffisant pour espérer capter les déformations élastiques de la maille (qui sont associées à des rotations d'environ $0,005^\circ$). Une limite de cette approche est son incapacité à tenir compte du caractère hyperbolique des lignes de Kikuchi. Plusieurs stratégies alternatives ont donc été explorées.

La méthode des bandelettes [93] permet de détecter les bandes par leur signature particulière dans l'espace de Fourier du cliché. L'intensité de chaque bande peut être reconstruite indépendamment par cette technique. La position angulaire des bandes est déterminée avec une erreur de $0,1^\circ$, ce qui est élevé par rapport à la résolution requise pour évaluer les déformations élastiques.

Une transformée de Hough "3D" a été introduite [94]. Cette transformation tient compte de la géométrie de la projection des cônes de Kossel depuis le point source de la diffraction. Elle permet de détecter les lignes de Kikuchi comme des hyperboles. La méthode a été validée sur des diagrammes simulés pour lesquels la position du point source est connue. Dans ce cas idéal, la mesure absolue des déformations élastiques est possible, avec une fidélité d'environ 10^{-4} (toutes les mesures sont contenues dans un intervalle de $\pm 2 \times 10^{-4}$). L'application de la méthode Hough 3D à des clichés expérimentaux est aujourd'hui limitée par les imperfections de l'image réelle et les imprécisions sur la position du point source.

Une stratégie alternative à la détection de la position des bandes est la mesure de leur largeur. Ce principe consiste à utiliser la loi de Bragg en considérant le signal rétrodiffusé monochromatique, estimer θ_{hkl} à partir de la largeur de bande et en déterminer la distance interréticulaire d_{hkl} . En utilisant des lignes de Kikuchi issues de la diffraction de plans cristallins de haut indice, il est possible de mesurer d_{hkl} avec des erreurs de l'ordre de 10^{-2} [34]. En utilisant la transformée de Hough, une mesure similaire peut aussi être réalisée mais avec un niveau d'erreur supérieur à $2 \cdot 10^{-2}$ [90]. Une fois de plus, la résolution de cette méthode n'est pas satisfaisante pour la mesure de déformation élastique.

Par ailleurs, on peut imaginer déterminer l'état du cristal en comparant le cliché expérimental à un cliché simulé. Le cliché simulé est construit en adoptant un modèle géométrique des conditions de diffraction dans le MEB. La position du point source est fixée par rapport à l'écran EBSD. La comparaison entre les deux clichés est ensuite réalisée sur l'écran EBSD [95, 96] ou en projetant le cliché expérimental sur la sphère unité qui sert à construire le cliché simulé autour du point source [97]. Ces approches rencontrent cependant des verrous importants, en particulier :

- La répartition d'intensité dans les clichés simulés est une représentation imparfaite de celle du cliché expérimental. L'utilisation de simulations dynamiques coûteuses en temps de calcul sont nécessaires [98].
- La position expérimentale du point source de la diffraction est actuellement déterminée avec une incertitude qui entraîne des erreurs potentielles supérieures à $5 \cdot 10^{-3}$ sur les composantes de rotation et de déformation mesurées [99, 100].
- Les diagrammes expérimentaux sont affectés par des distorsions provenant de la chaîne optique de la caméra EBSD. Ces distorsions ne sont généralement pas simulées et sont interprétées comme des déformations de l'ordre de $3 \cdot 10^{-3}$ [98].

Une partie de ces artefacts peut être compensée par la calibration de la chaîne optique du système EBSD et par la détermination plus exacte, mais encore insuffisante, de la position du point source par un système d'ombrage sur l'écran [101]. Une calibration satisfaisante de cette position est espérée dans le futur avec l'amélioration de la chaîne mécanique des caméras EBSD [102].

Aujourd'hui, la mesure de déformation élastique (de l'ordre de 10^{-4}) reste donc hors de portée des stratégies de mesures absolues des déformations.

1.4.2 Mesures relatives par HR-EBSD

Contrairement aux stratégies de mesures absolues, la technique relative permet l'évaluation des déformations élastiques avec une résolution de 10^{-4} . L'HR-EBSD est en effet peu sensible aux

incertitudes sur la géométrie de la diffraction et s'accommode mieux des imperfections contenues dans les clichés expérimentaux. La technique repose sur la capacité de mesurer avec une résolution subpixel le déplacement d'éléments dans une figure de diffraction par corrélation d'images. Le principe, les performances et les limites de la méthode sont rappelés dans cette section, en s'appuyant sur la façon dont elle est implémentée dans le logiciel "StrainCorrelator" développé à l'École des mines de Saint-Étienne. Un état récent de la technique est présenté dans la référence [103].

1.4.2.1 Principe de la méthode HR-EBSD

Sous l'action d'une sollicitation mécanique, les éléments de la figure de diffraction changent de forme et se déplacent. En mesurant ces déplacements en différents endroits de l'image, on récolte de l'information sur la transformation du cristal. Par un modèle géométrique, il est possible de reconstruire le tenseur gradient de la transformation et donc de déterminer l'état relatif de déformation élastique de la maille cristalline.

Les déplacements associés à la déformation élastique sont généralement inférieurs à la taille d'un pixel de la caméra EBSD. Il est nécessaire d'utiliser une technique de corrélation d'images pour pouvoir les mesurer. La technique utilisée et ses performances sont présentées en détail dans [11]. Le principe de la corrélation repose sur la multiplication des transformées de Fourier des deux images à comparer. Dans la troisième image obtenue, la position du maximum d'intensité correspond au déplacement que l'on souhaite mesurer (cf. figure 1.35)

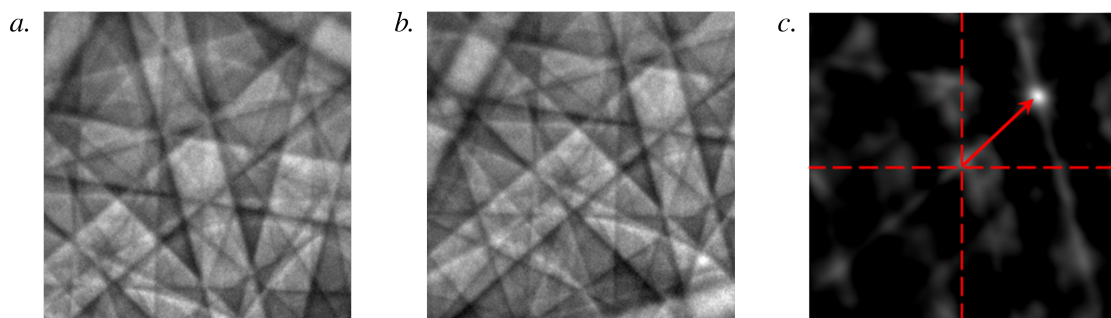


FIGURE 1.35 – Principe de la corrélation d'images utilisée en EBSD [11]. Imagerie prélevées dans le cliché de référence (a.) et dans le cliché de mesure (b.). Image calculée par corrélation (c.), la position du pic d'intensité correspond au déplacement entre les deux imagerie.

La première utilisation d'une technique de corrélation a été rapportée pour évaluer le déplacement d'un axe de zone [104]. Initialement, les mesures de déplacement sont réalisées en quelques endroits du cliché. Elles sont principalement utilisées pour quantifier précisément des désorientations [105, 106, 107] et dans certains cas particuliers une composante du tenseur des déformations élastiques [104, 108]. La mise au point de l'HR-EBSD étend la mesure aux cinq composantes du déviateur des déformations élastiques et aux trois composantes de désorientation.

La technique HR-EBSD [109, 110] apporte deux avancées majeures : (i) un modèle géométrique permettant de lier les déplacements observés sur l'écran à l'état mécanique du cristal et (ii) de nouvelles opérations de filtrage des images avant l'étape de corrélation. Dans le cas de transformations infinitésimales, la partie déviatorique du tenseur des déformations peut être déterminée en mesurant au moins quatre déplacements, avec une fidélité inférieure à 10^{-4} .

1.4.2.2 Modèle géométrique, lien entre le cristal et les déplacements mesurés

Le modèle géométrique complet présenté ici est celui implémenté dans le logiciel StrainCorrelator [15, 111, 11], développé à partir du modèle original [109].

Considérons la situation illustrée par la figure 1.36. Le faisceau électronique est fixe dans l'espace et fait diffracter un volume de matière S . La position d'un élément situé en P_0 sur le cliché de Kikuchi est associée au vecteur \underline{r}_0 de l'espace. Si l'état de déformation change en S suivant la transformation $\tilde{\underline{F}}$ alors l'élément observé en P_0 se déplace en P . Sur l'écran on mesure un déplacement \underline{q} . La relation vectorielle fondamentale qui relie \underline{q} à $\tilde{\underline{F}}$ s'exprime de la manière suivante en fonction de d la distance entre S et sa projection orthogonale PC sur l'écran :

$$\underline{r}_0 + \underline{q} = \left(\frac{d}{(\tilde{\underline{F}} \cdot \underline{r}_0) \cdot \underline{Z}_{cam}} \right) \tilde{\underline{F}} \cdot \underline{r}_0 \quad (1.51)$$

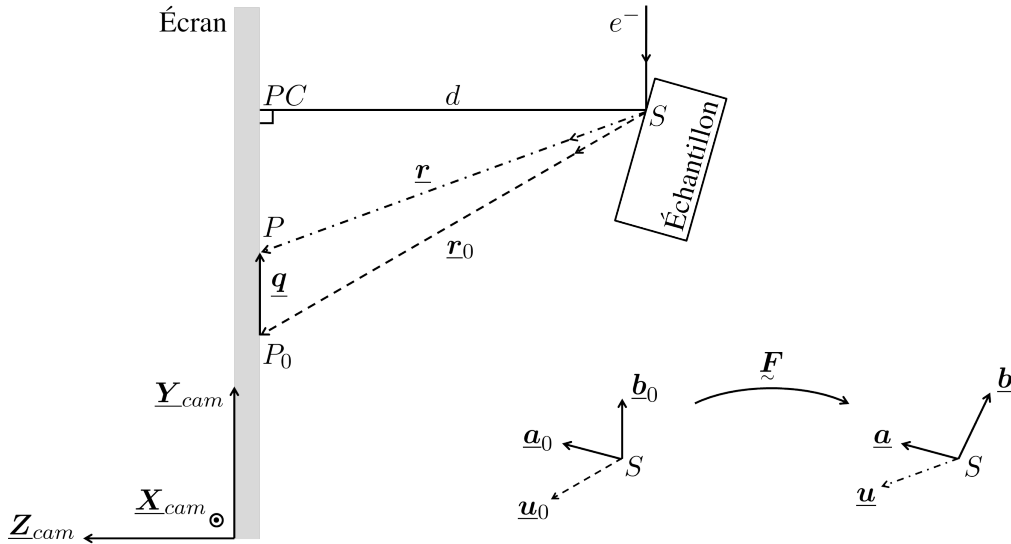


FIGURE 1.36 – Modèle géométrique des conditions de diffraction utilisé en HR-EBSD.

Dans l'équation (1.51), si $\tilde{\underline{F}}$ est composée avec une transformation hydrostatique $\lambda \underline{I}$, le déplacement \underline{q} n'est pas modifié car λ se retrouve au numérateur et au dénominateur de la fraction. À partir de la mesure des déplacements, il sera donc impossible de mesurer la partie hydrostatique de $\tilde{\underline{F}}$.

Pour une valeur de $\tilde{\underline{F}}$, la relation (1.51) permet de calculer le déplacement théorique $\underline{q}_{th}^{r_0}$ observé dans la direction \underline{r}_0 en P_0 . Il est possible de comparer cette valeur à celle mesurée par corrélation d'images $\underline{q}_{exp}^{r_0}$. Comme on recherche à déterminer huit composantes de $\tilde{\underline{F}}$, il faut réaliser la mesure de quatre $\underline{q}_{exp}^{r_0}$ indépendants. Généralement le déplacement expérimental est estimé sur environ 20 à 30 positions sur le cliché. Huit composantes de $\tilde{\underline{F}}$ sont obtenues en minimisant la fonction :

$$\sum_{r_0} \|\underline{q}_{th}^{r_0} - \underline{q}_{exp}^{r_0}\|^2 \quad (1.52)$$

1.4.2.3 Prise en compte des gradients d'orientation

La mesure des déplacements par corrélation ne donne des résultats exacts que pour deux images identiques et translatées. Lorsque la transformation mécanique du cristal génère une forte désorientation, la forme des éléments du cliché change à cause de l'effet de la projection sur l'écran. Pour des rotations supérieures à 1° , la qualité de la corrélation diminue fortement et engendre des erreurs sur la détermination des déformations. Pour seulement 3° de désorientation l'erreur atteint 10^{-3} [15].

Une solution consiste à transformer l'une des deux images afin de pouvoir réaliser la corrélation sur deux clichés avec la même orientation apparente [15, 112]. En utilisant le modèle géométrique, une image est tournée numériquement de la désorientation approximative entre les deux clichés (cf. figure 1.37). La transformation résiduelle est estimée par corrélation d'images. La transformation totale est reconstruite comme la composition de la désorientation et de la transformation mesurée.

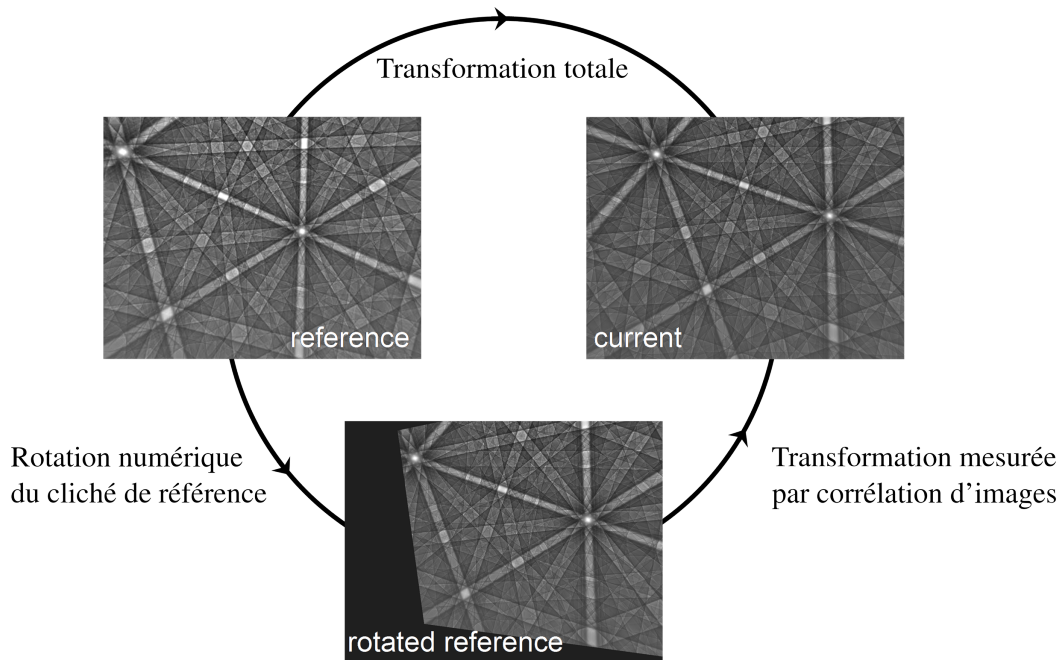


FIGURE 1.37 – Procédure de pré-rotation d'un cliché de Kikuchi avant corrélation d'images, permettant de tenir compte d'une désorientation supérieure à 1° avec le cliché de référence [15].

La diminution de l'erreur sur la mesure apportée par cette procédure est importante pour les fortes désorientations ($> 3^\circ$). Cependant, son application pour de faibles désorientations reste contestable car la connaissance insuffisante de la position du point source peut induire dans la procédure des erreurs de l'ordre de 6.10^{-4} [112].

1.4.2.4 Corrections liées au balayage du faisceau sur l'échantillon

En pratique, il est nécessaire de comparer la déformation en au moins deux points de l'échantillon. Comme en microdiffraction Laue, le faisceau incident peut rester fixe et la platine est utilisée pour déplacer l'échantillon. Cette stratégie ne permet pas de bénéficier de l'excellente résolution

spatiale du faisceau électronique. En outre, le déplacement de la platine n'est pas forcément synchronisé avec le système EBSD. Naturellement, l'utilisateur préférera déplacer le faisceau en laissant l'échantillon fixe. Le balayage faisceau est en outre plus rapide que le déplacement platine.

Lorsque le faisceau se déplace sur l'échantillon, la position du point source évolue en conséquence et on observe sur l'écran le déplacement de la figure de diffraction. Il est impératif de soustraire ce déplacement de celui mesuré par corrélation d'images sous peine d'interpréter l'effet du déplacement du faisceau comme une déformation du cliché. Le modèle de correction utilisé considère que la surface de l'échantillon, parfaitement plane, est parcourue de manière régulière par le faisceau, généralement suivant une grille rectangulaire alignée avec l'axe de tilt.

Pour un échantillon soigneusement positionné et une cartographie de taille limitée ($< 100 \mu\text{m}$), ce modèle de correction est satisfaisant. Par exemple, une incertitude de 1° sur l'angle de tilt introduit une erreur sur les déformations qui reste inférieure à la résolution de la mesure [11].

Dans le cas de cartographies de taille plus importante, il sera nécessaire de contrôler avec précision le positionnement de l'échantillon dans le microscope et la planéité de la surface de manière à éviter les artefacts liés au balayage [113]. Il faut noter que lorsque le faisceau se déplace perpendiculairement à l'axe de tilt, le point source s'éloigne ou se rapproche de l'écran. La figure de diffraction apparaît zoomée et cet effet est actuellement négligé dans la procédure de corrélation. Tout écart à la planéité de la surface va par ailleurs introduire une correction erronée de la position du point source.

1.4.2.5 Calcul du tenseur des déformations élastiques

En HR-EBSD, la transformation mécanique étudiée relie l'état mécanique du point de référence à celui du point de mesure, une situation identique à celle de la mesure Laue-DIC. Dans la version 2.5 de StrainCorrelator, la décomposition polaire de \underline{F} (dont on ignore la partie hydrostatique) est utilisée pour calculer le déviateur du tenseur de Green-Lagrange \underline{E}^* et le vecteur de Rodrigues \underline{R} (cf. section 1.1). L'orientation absolue approchée du cristal de référence est obtenue par une mesure EBSD conventionnelle. Dans le cas cubique, la loi d'élasticité est appliquée dans le repère du cristal, avec un formalisme de grandes transformations pour obtenir $\underline{\Sigma}^*$ puis $\underline{\sigma}^*$.

Pour retrouver la partie hydrostatique de \underline{E} , on peut admettre que le volume de matière diffractant présente un état de contraintes planes. Cette hypothèse est valide si le gradient de contrainte sous la surface est suffisamment faible. On impose alors trois conditions sur la forme de $\underline{\sigma}$, ce qui permet de reconstruire $\underline{\sigma}$ à partir de $\underline{\sigma}^*$. En appliquant la loi d'élasticité à nouveau, on fixe \underline{E} .

Les grandeurs calculées sont ensuite transportées vers le repère échantillon. La convention utilisée pour définir ce repère est celle introduite dans le logiciel EBSD Channel5. Dans la configuration des systèmes EBSD auxquels nous avons eu accès ce repère est inversé par rapport à l'image de l'échantillon acquise par le MEB (cf. figure 1.38).

1.4.2.6 Performances de l'HR-EBSD

La résolution spatiale de l'HR-EBSD est liée à la taille du volume source des électrons rétro-diffusés. Par simulation Monte-Carlo, on estime la taille de ce volume inférieure à $90 \times 30 \times 25 \text{ nm}^3$ pour une acquisition typique dans un acier austénitique. Notons que la majorité du signal provient du centre du volume source. Ceci peut conduire à la notion de résolution spatiale effective, définie comme la distance minimale à partir de laquelle la mesure réalisée est perturbée par un objet situé à

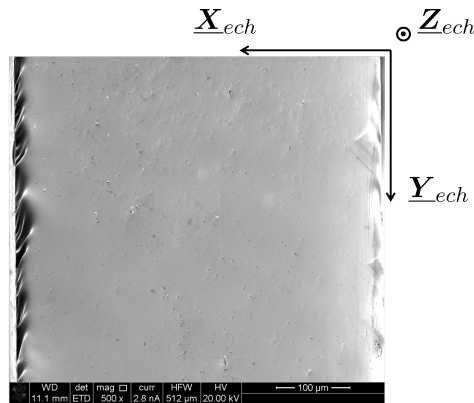


FIGURE 1.38 – Définition du repère échantillon selon StrainCorrelator par rapport aux images MEB obtenues en configuration tiltée dans cette thèse.

la périphérie du volume source (e.g. un joint de grain) [114]. Une proposition pour l'établissement de cette notion en HR-EBSD a été rapportée récemment [115].

La fidélité de la technique est de 10^{-4} sur toutes les composantes des tenseurs de déformation et de rotation. Dans le cas de transformations infinitésimales, la justesse (évaluée sur des matériaux au comportement élastique) est également de 10^{-4} [111, 11]. Une amélioration de la fidélité est attendue en utilisant des images de diffraction avec une échelle de niveaux de gris plus discrétisée [116]. Pour obtenir ces performances, il est nécessaire de calibrer finement le système EBSD [101], de prendre garde à la planéité de l'échantillon, à son positionnement dans le microscope et aux spécificités du système de balayage [113]. La qualification d'échantillons standards dans le domaine élastique a permis de valider une partie de ces pré-requis [117].

En présence d'une désorientation supérieure à 1° par rapport au point de référence, la justesse de la mesure est dégradée. Il est alors nécessaire d'introduire une étape supplémentaire de rotation numérique de l'un des deux clichés avant de réaliser la corrélation [15]. Cette étape permet de réduire considérablement l'erreur de mesure mais des incertitudes de l'ordre de 6.10^{-4} subsistent [112]. Actuellement, à cause de la connaissance approximative de la position du point source de la diffraction, la mesure relative entre deux points désorientés de plus d'un degré est six fois plus incertaine que pour une transformation infinitésimale.

1.4.3 Champs d'applications

L'EBSD à haute résolution angulaire a été développée sur des matériaux de l'industrie microélectronique. L'application phare est l'évaluation des contraintes dans des couches de SiGe déposées sur un substrat de silicium [109, 110, 111, 118, 117]. Le silicium est également un matériau de choix pour l'étude des champs de déformation [111, 119, 120, 121] ou de la topologie induite par indentation [122]. Des travaux sur un monocristal de BaTiO_3 [123] et de GaAs [124] ont également été rapportés, ainsi que des mesures dans une couche de zircone [79].

Dans les matériaux métalliques, les mesures d'HR-EBSD sont généralement employées d'une part pour évaluer l'état de contrainte et d'autre part pour estimer les densités de dislocations géométriquement nécessaires (GND).

L'évaluation des densités de GNDs est réalisée à partir du tenseur des rotations. Le détail des stratégies de calcul est décrit dans les références [125, 126, 127, 103]. La densité de GNDs a

été évaluée à partir de mesures HR-EBSD autour de marques d'indentation dans du fer [125], du tantale [126], un alliage de titane et un acier [128]. Des études similaires sont présentées dans des polycristaux d'alliage de titane [129, 130, 131, 132], de nickel [133] et de cuivre [134, 12, 135]. Par ailleurs une analyse simple des composantes de rotations a permis de déterminer la zone plastique en fond de fissure dans un monocristal de tungstène [136].

Une partie des études sur les champs de déformations élastiques (contraintes) vise à mieux appréhender des phénomènes locaux. Un exemple est l'étude du comportement des interfaces austénite-martensite [137] et martensite-ferrite [128] dans les aciers. La technique s'applique avantageusement à l'étude du comportement mécanique autour de marques d'indentations [125, 128] et à la caractérisation des mécanismes de transmission de la déformation au joint de grain [131, 132]. Le champ de déformation autour d'une inclusion dans un superalliage base nickel a également été mesuré [133]. Comme les phénomènes étudiés sont localisés, il est relativement facile de trouver un point de référence unique et probablement non contraint pour ces mesures relatives.

La seconde partie des études sur les champs de déformation élastique s'intéresse au comportement mécanique d'un groupe de grains. Généralement, l'échantillon est sollicité ex-situ et seul l'état de contraintes résiduelles est étudié. Les matériaux étudiés dans ce cadre sont le nickel [138], le cuivre [134, 12], l'acier [15] ou encore le zirconium [139]. Des champs de déformation ont néanmoins été observés lors d'un essai de traction in-situ sur un acier inoxydable austénitique [140]. Pour ces études, il est impossible de trouver un point de référence unique. La comparaison des valeurs grain à grain peut s'avérer périlleuse car l'état de contrainte des points de référence est inconnu. Une stratégie envisagée pour estimer cet état est d'extraire les valeurs d'une simulation éléments finis [141].

Les valeurs de déformation (ou de contraintes) rapportées dans ces études sont souvent importantes devant les valeurs mécaniques caractéristiques du matériau. Ceci est particulièrement vrai pour les études réalisées sans la procédure de pré-rotation du cliché introduite à la section 1.4.2.3 (cf. e.g. la partie discussion de [139]). Même lorsque les gradients d'orientation sont pris en compte, des contraintes de l'ordre de 500 MPa restent estimées dans un échantillon de cuivre dont la limite élastique macroscopique est inférieure à 70 MPa [12]. On rappelle qu'il est conseillé de considérer les résultats avec un certain recul dans les cas où la mesure est associée à une transformation mécanique élastoplastique.

Les études qui s'intéressent à la modélisation du comportement mécanique du matériau sont assez rares. Une modélisation éléments finis de l'essai mécanique est parfois réalisée pour valider qualitativement [120] ou quantitativement [111] les mesures. Les paramètres du modèle sont alors issus de la littérature et le résultat de la modélisation est pris comme référence. Les champs expérimentaux sont utilisés comme données dans deux études. La première a permis l'identification des paramètres d'un modèle analytique de transfert local de la déformation au joint de grain dans du titane [131, 132]. La seconde est la calibration d'un modèle EF de plasticité utilisant la notion de déformation libre pour modéliser les champs de déformation élastique résiduelle autour d'une inclusion [142]. Les résultats de cette étude ont été comparés aux résultats obtenues avec une loi de plasticité cristalline [143] dont les paramètres sont tirés de la littérature.

Bilan

La technique HR-EBSD permet une mesure relative de la partie déviatorique du tenseur de déformation élastique avec une fidélité inférieure à 10^{-4} . Pour des couples de points dont la désorientation est inférieure à 1° , la justesse des mesures est de 10^{-4} . Pour des points plus fortement

désorientés, une procédure de pré-rotation du cliché de diffraction est nécessaire et cette valeur atteint 6×10^{-4} . Dans l'acier austénitique, la résolution spatiale a été évaluée à $90 \times 30 \text{ nm}^2$ latéralement et 25 nm en profondeur.

1.5 Synthèse sur la mesure des déformations élastiques

Les caractéristiques de la mesure de la partie déviatorique du tenseur des déformations élastiques par les techniques de microdiffraction Laue et d'HR-EBSD sont rassemblées dans le tableau 1.1. Ces techniques sont mises en œuvre lors des essais présentés au chapitre suivant.

	microdiffraction Laue	Laue-DIC	HR-EBSD
Type de mesure	absolue	relative	relative
Traitement et calcul du tenseur de déformation	LaueTools [38] décomposition QT petites déformations	Laue-DIC décomposition RU	StrainCorrelator [144] décomposition RU
Fidélité	5×10^{-5}	10^{-5}	10^{-4}
Justesse	10^{-4}	10^{-5}	10^{-4}
comportement élastique			
comportement élastoplastique	fonction du "pixdev" ?	10^{-5} ?	6×10^{-4} ?
Résolution latérale	$< 1 \times 1 \mu\text{m}^2$	$< 1 \times 1 \mu\text{m}^2$	$90 \times 30 \text{ nm}^2$
	$> 0,3 \times 0,3 \mu\text{m}^2$	$> 0,3 \times 0,3 \mu\text{m}^2$	
en profondeur	40 μm (DAXM : 1 μm)	40 μm (DAXM : 1 μm)	25 nm
Partie hydrostatique ?	mesure énergie	mesure énergie	contraintes planes
Environnement	synchrotron	synchrotron	MEB

TABLEAU 1.1 – Caractéristiques des mesures du déviateur des déformations élastiques par les techniques de diffraction

Chapitre 2

Présentation de la démarche expérimentale

Ce chapitre présente la démarche expérimentale et le déroulement des essais dont les résultats sont exploités aux chapitres 3 et 4. Des éprouvettes monocristallines d'acier austénitique, sélectionnées pour représenter le comportement intragranulaire des aciers 316L, sont sollicitées en flexion quatre points. Dans un premier temps, les champs de déformation élastique sont observés avec l'objectif de valider la qualité des mesures (cf. chap. 3). Dans un second temps, les champs de déformation élastique et totale sont mesurés simultanément, de manière à étudier le comportement local du matériau (cf. chap. 4).

Sommaire

2.1	Présentation du matériau monocristallin	56
2.1.1	L'acier inoxydable austénitique 316L	56
2.1.2	Le monocristal de notre étude	58
2.1.3	Grandeurs mécaniques caractéristiques	62
2.1.4	Mécanismes de plasticité en déformation monotone	69
2.2	Conditions expérimentales	71
2.2.1	Avantages de l'essai de flexion quatre points	71
2.2.2	La machine de flexion in-situ du projet ANR Microstress	71
2.2.3	Préparation des éprouvettes	74
2.3	Déroulement de l'essai de validation Laue-DIC / HR-EBSD	79
2.3.1	Caractéristiques de l'éprouvette Flex1	80
2.3.2	Acquisitions in-situ en microdiffraction Laue	81
2.3.3	Acquisition ex-situ en HR-EBSD	83
2.4	Déroulement de l'essai in-situ avec couplage des champs	87
2.4.1	Caractéristiques de l'éprouvette Flex2	88
2.4.2	Dépôts de mouchetis pour la corrélation d'images	89
2.4.3	Déroulement des acquisitions in-situ	91
2.5	Bilan de la démarche expérimentale	97

2.1 Présentation du matériau monocristallin

Les essais micromécaniques présentés dans ce chapitre ont été réalisés sur des éprouvettes monocristallines. Le comportement macroscopique des monocristaux est proche de celui présent à l'échelle locale (micron). Un intérêt majeur de leur utilisation est donc de pouvoir accéder facilement par la modélisation à l'état de déformation local. L'estimation de cet état constitue un élément de validation pour les mesures de déformation élastique. Par ailleurs, utiliser un monocristal permet de valider notre démarche d'identification du comportement local à partir de mesures locales, en comparant directement le résultat au comportement macroscopique connu.

Les monocristaux ont un intérêt certain en terme de validation de la démarche d'identification du comportement local. Cependant, l'apport en terme de connaissances nouvelles du comportement est attendu sur des microstructures hétérogènes dans lesquelles le comportement local est incertain. Ainsi, la démarche expérimentale développée dans ce travail a également été mise en œuvre sur des bi-cristaux et des échantillons polycristallins d'acier austénitique 316L, dans le cadre d'une autre étude ultérieure. Ces derniers échantillons ont été prélevés dans une tôle qui constitue une référence à EDF pour les études de mécanismes de dégradation des structures internes des réacteurs à eau pressurisée.

Une présentation du matériau modèle de notre étude est proposée en comparant quelques caractéristiques de la tôle polycristalline à celles du monocristal.

2.1.1 L'acier inoxydable austénitique 316L

Le matériau industriel de référence pour cette thèse est un acier inoxydable austénitique de type 316L suivant la norme américaine AISI. Il est désigné en suivant la norme européenne par le sigle X2CrNiMo17-12-2. La présentation réalisée ici est adaptée de la référence [145].

2.1.1.1 Composition chimique

Les aciers inoxydables sont utilisés dans les réacteurs nucléaires à eau sous pression pour leur résistance à la corrosion par l'eau du circuit primaire. La présence de chrome dans leur composition chimique (au moins 13% en poids [146]) explique cette résistance. L'addition de nickel permet d'obtenir la phase austénitique, de structure cubique à faces centrées, qui confère à l'alliage une grande ductilité et une bonne ténacité. Le chrome tend à déstabiliser cette phase austénitique au profit de la phase ferritique (comportement alphagène) alors que le nickel produit un effet contraire (comportement gamagène). Pour des valeurs proches de 18% de chrome et 10% de nickel (AISI 304), on obtient une famille d'aciers relativement bon marché et majoritairement constitués d'austénite.

Pour améliorer encore la résistance à la corrosion de l'alliage 304, les fabricants ont proposé de rajouter du molybdène et de retirer du carbone à sa composition chimique [147]. L'effet bénéfique direct du molybdène est démontré dans une majorité de milieux aqueux, en particulier pour lutter contre la corrosion caverneuse [148]. Diminuer la teneur en carbone sous la barre de 0,03% permet d'éviter la formation de carbures de chrome aux joints de grains. La formation de ces carbures provoque en effet un déficit local en chrome qui favorise la corrosion intergranulaire. Pour compenser la diminution des propriétés mécaniques due à la faible teneur en carbone, du manganèse doit être présent dans l'alliage. Ce manganèse piège de l'azote dans les sites interstitiels qui joue donc un rôle similaire au carbone. La composition chimique du 316L (L pour "Low carbon") est présentée en table 2.1, d'après la norme nucléaire RCC-M.

Cr	Ni	Mo	Mn	C	N	S	P	Si	Cu
16 – 19	10 – 14	2,25 – 2,75	< 2	< 0,03	< 0,06	< 0,03	< 0,04	< 1	< 1

TABLEAU 2.1 – Composition chimique (% en masse) de l'acier 316L selon la norme RCC-M.

2.1.1.2 Traitement thermique

L'état d'équilibre à température ambiante lié à la composition chimique du 316L est un mélange d'austénite, de ferrite et de carbures. Cette décomposition apparaît principalement car la solubilité du carbone dans l'austénite diminue fortement quand la température décroît (cf. figure 2.1).

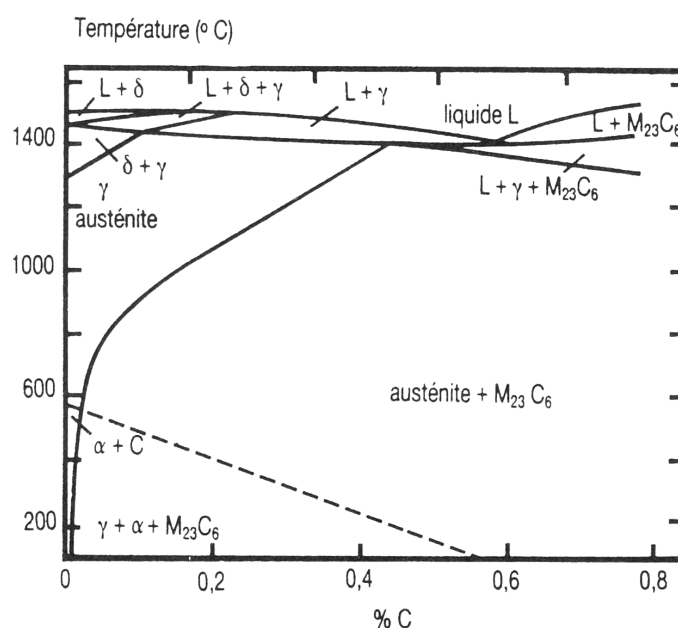


FIGURE 2.1 – Solubilité du carbone en solution solide interstitielle dans une structure austénitique (diagramme Fe-C, % en masse). D'après [149], figure rapportée par [150].

Les industriels utilisent un traitement thermique d'« hypertrempe » pour former une austénite sursaturée en carbone. Ils commencent par favoriser la mise en solution solide du carbone à haute température par un recuit supérieur à 1050 °C. Ce recuit homogénéise également la solution solide de substitution des éléments d'addition (Cr, Ni, Mo, Mn). Une descente en température rapide, limitant les processus de diffusion, permet enfin de figer la phase austénitique en une phase métastable. La formation de carbures et de ferrite est donc limitée par ce procédé.

2.1.1.3 Microstructure

Le diagramme de Schaeffler, présenté en figure 2.2 donne une indication de la structure de l'acier, en fonction des quantités relatives d'éléments alphagènes comme le chrome et gamma-gènes comme le nickel. Le domaine du 316L se situe à la limite de la région austénitique. Dans la palette de composition acceptable, sa microstructure peut contenir de la ferrite résiduelle.

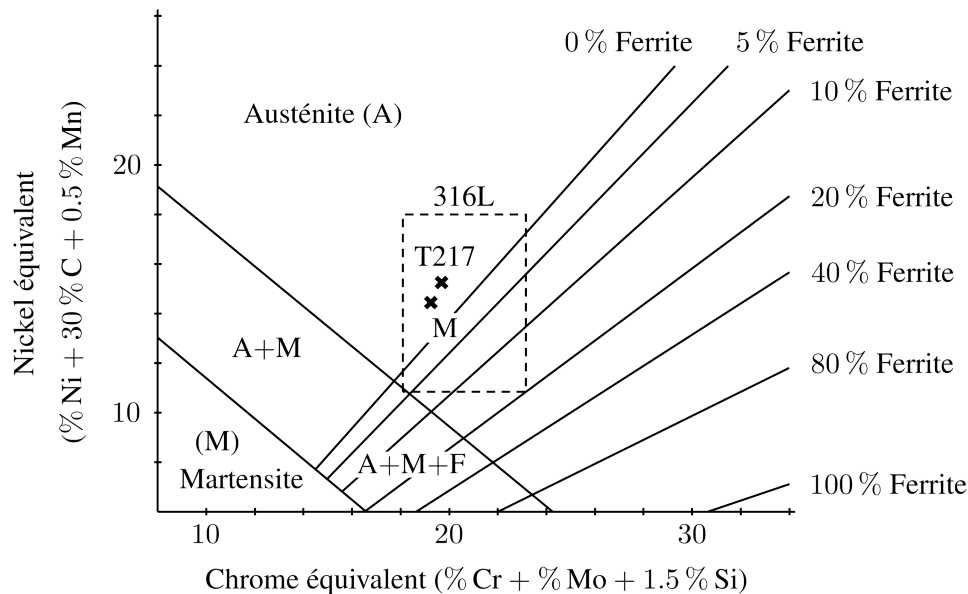


FIGURE 2.2 – Position du 316L dans le diagramme de Schaeffler [151] prédisant la structure des aciers dans le cas des dépôts de soudure. La nuance de référence T217 et la nuance du monocristal M sont indiquées. Les quantités sont exprimées en % massique.

Le matériau industriel de référence pour notre travail est une tôle référencée T217 suivant le repère magasin d'EDF. Sa composition chimique est donnée dans le tableau 2.2. D'après le diagramme de Schaeffler, la nuance T217 conduit à une microstructure strictement monophasée.

En réalité, des bandes de ferrite résiduelle sont observées dans les plans de coupe normaux à la direction transverse de la tôle (cf. figure 2.3). La fraction massique de cette phase secondaire est évaluée à moins de 1% et seuls quelques précipités sont présents [152]. Ceci est cohérent avec la teneur en carbone volontairement faible de l'alliage. La taille de grain dans la tôle T217 se situe dans la gamme 10 – 100 μm . Les observations EBSD montrent que les grains sont équiaxes. Seuls les grains de ferrite résiduelle sont allongés dans le sens de laminage de la tôle. Des macles, probablement d'origine thermique, sont présentes.

L'acier 316L est donc principalement constitué d'austénite. Le monocristal utilisé pour nos expériences peut donc s'envisager comme le matériau modèle des grains qui constitue en quasi-totalité sa microstructure.

2.1.2 Le monocristal de notre étude

Le monocristal de notre étude a été élaboré à l'École des mines de Saint-Étienne dans les années 90. Il a été obtenu par solidification dirigée en nacelle horizontale [153] (cf. figure 2.4), technique dont le principe est rappelé dans la référence [154]. La matière première polycristalline est placée dans un four qui possède un anneau chauffant mobile. L'énergie apportée localement par l'anneau permet de faire fondre le métal, qui vient se solidifier dans une orientation uniforme lorsque l'anneau avance. L'orientation du monocristal est imposée par un germe que l'on positionne dans le four de manière contrôlée.

Les monocristaux bruts de fabrication se présentent sous la forme de barreaux d'environ 15 cm

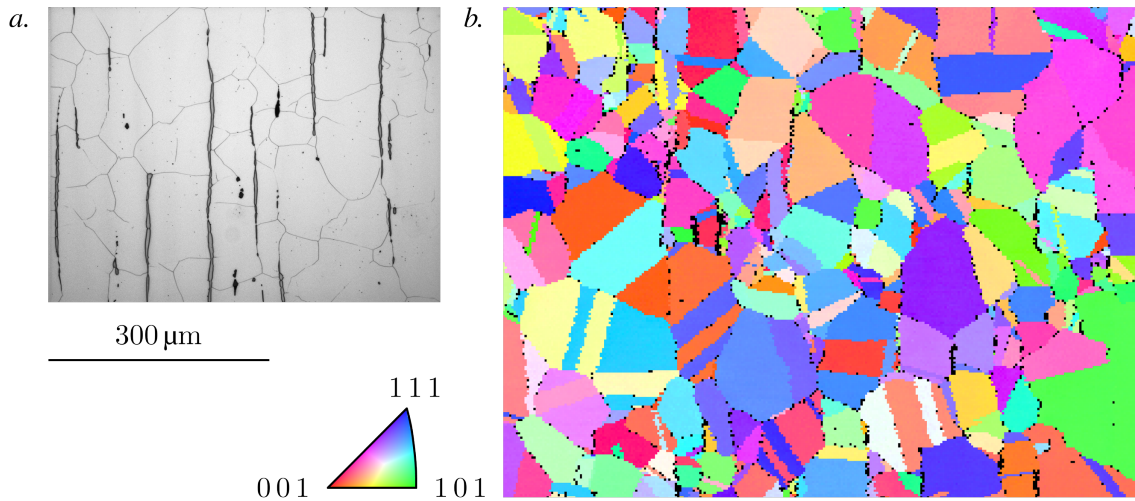


FIGURE 2.3 – Microstructure de la tôle T217 observée en coupe transverse. *a.* Image de microscope optique montrant les îlots de ferrite sombres allongés dans le sens de laminage. *b.* Figure de pôle inverse de la normale à la surface.

de long pour une section utile d'environ $17 \times 10 \text{ mm}^2$. Le procédé oblige à faire la distinction entre la tête du barreau, là où commence la solidification dirigée, et la queue où elle se termine. La queue du barreau est traditionnellement éliminée car elle contient des impuretés. Le monocristal M auquel nous avons eu accès est une fraction de la partie restante du lingot, d'environ 5 cm de long. Ce matériau a été synthétisé durant la thèse d'A. Chambreuil-Paret portant sur la corrosion sous contrainte des aciers 316L [154]. L'annexe B détaille le plan de découpe des différentes éprouvettes utilisées dans ce travail.

2.1.2.1 Composition chimique

La composition chimique du monocristal M est rapportée dans le tableau 2.2. L'alliage a une composition globalement proche de la nuance de référence T217. La forte teneur en nickel permet d'obtenir une phase austénitique même en l'absence de manganèse et de carbone (cf. figure 2.2). Les éléments légers en solution solide sont en effet difficiles à introduire dans un alliage fabriqué par solidification dirigée.

	Cr	Ni	Mo	Mn	C	N
Norme RCC-M	16 – 19	10 – 14	2,25 – 2,75	< 2	< 0,03	< 0,06
T217	17,1	11,5	2,58	1,9	0,027	0,051
monocristal M	17,0	14,6	2,3	—	—	—

TABLEAU 2.2 – Comparaison de la composition chimique (% massique) de la nuance du monocristal M avec la tôle T217. Les éléments en quantité négligeable sont signalés avec un “—”. Dosages réalisés par spectrométrie de fluorescence X (éléments lourds), combustion puis absorption de rayonnement infrarouge (carbone) et fusion puis mesure de conductibilité thermique (azote).

L'étude de la composition chimique a été réalisée en moyenne sur une section du barreau.

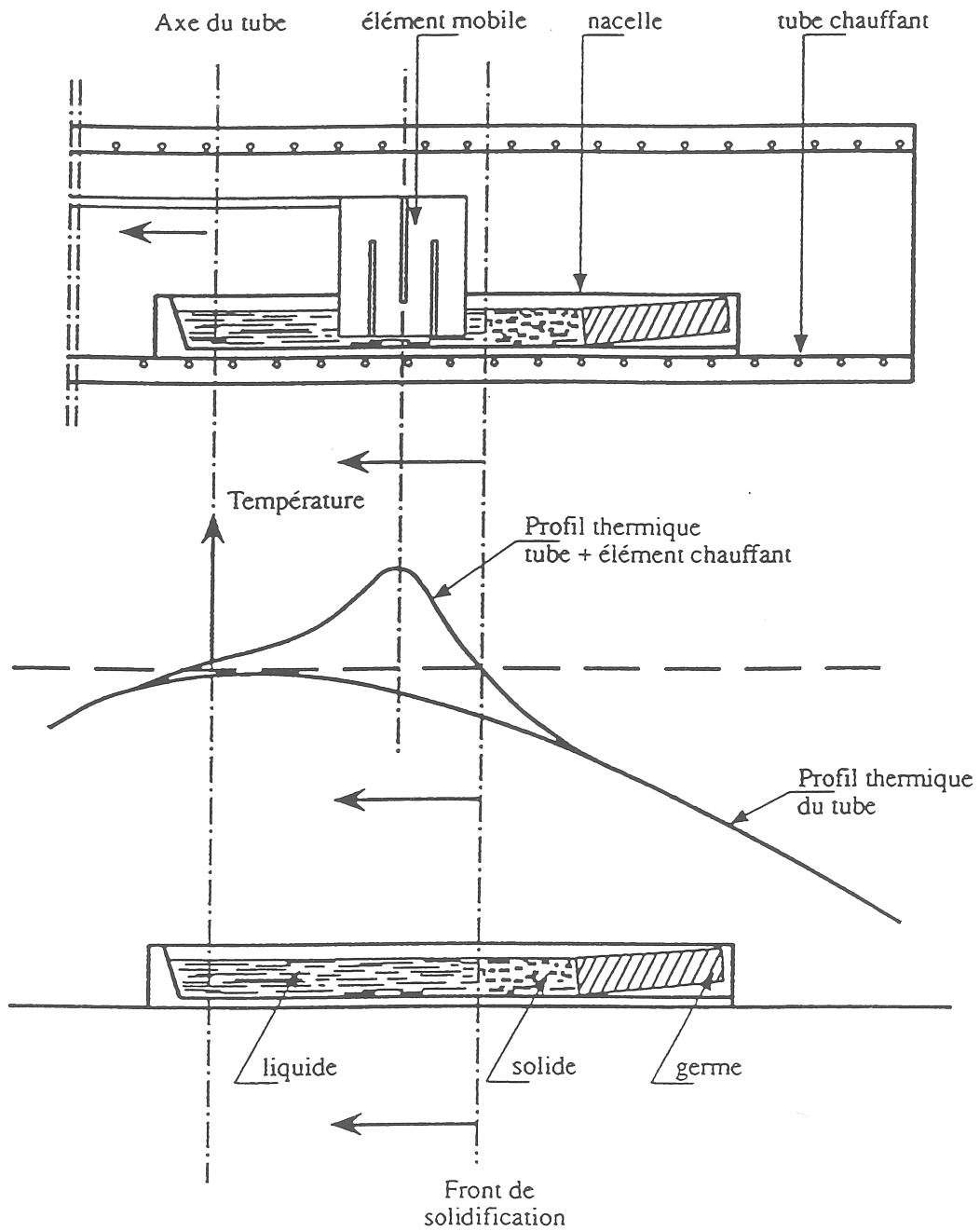


FIGURE 2.4 – Fabrication de monocristaux par solidification dirigée en nacelle horizontale [154].

Par microsonde de Castaing, il a été vérifié à l'aide d'une série de mesures locales aléatoires que la composition chimique est homogène dans cette section. Nous considérons que la composition chimique ne varie pas significativement le long du bloc de monocristal.

2.1.2.2 Caractérisation microstructurale

Des observations en microscopie optique ont été réalisées sur une section du barreau de monocristal, polie au grade un micron et après une attaque oxalique destinée à révéler la microstructure. Ces observations montrent que le matériau est homogène sur l'extrême majorité de la surface (cf. figure 2.5). Quelques éléments microstructuraux minoritaires sont néanmoins présents. Les traces d'une sous-structure à l'échelle du millimètre sont observées. Cette sous-structure est composée de joints de très faible désorientation ($< 1^\circ$, d'après les mesures HR-EBSD et de microdiffraction Laue présentées aux chapitres 3 et 4). Des cavités sont présentes par endroits bien que ces dernières n'aient pas été observées sur les échantillons de flexion testés dans ces travaux.

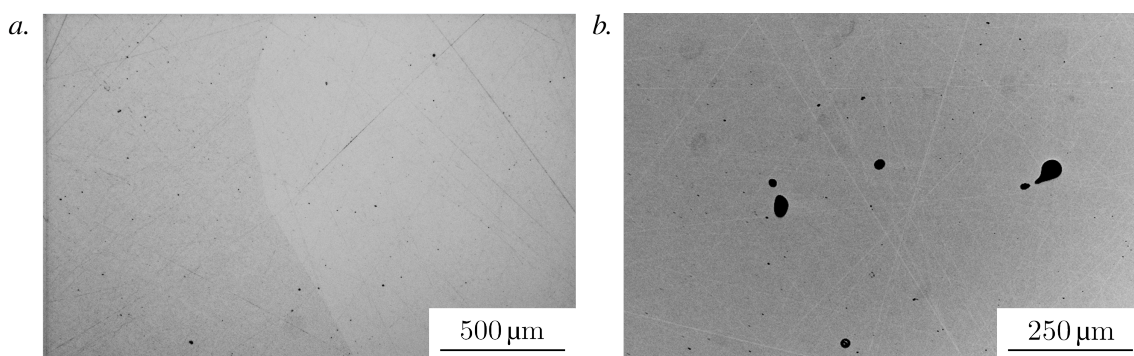


FIGURE 2.5 – Caractérisation microstructurale du monocristal M. *a.* Présence occasionnelle de différence de contraste en microscopie optique indiquant la présence de sous-grains. *b.* Cavités observées lors des essais de microsonde de Castaing (électrons rétrodiffusés).

2.1.2.3 Densité de dislocation initiale

La densité de dislocation initiale présente dans le monocristal M a été évaluée par D. Loisnard en microscopie électronique à transmission (MET) [155]. Cette étude a été réalisée à l'aide d'un microscope Titan (FEI), équipé d'un filtre en énergie. L'utilisation de ce filtre permet de mesurer l'épaisseur de la lame mince et de déterminer le volume total de cristal observé : $36 \mu\text{m}^3$. L'échantillon a été prélevé avec une épaisseur initiale importante (500 µm) puis aminci uniquement par polissage électrolytique afin de ne pas générer de dislocation lors des étapes de préparation.

La densité de dislocation est estimée à partir d'images en champ clair à $1,6 \times 10^{10} \text{ m}^{-2}$, par la formule de Bailey & Hirsch [156] et en tenant compte des conditions de diffraction. Comme en témoigne la figure 2.6, l'observation d'un contraste lié à une ligne de dislocation est très rare. Par conséquent, une longueur totale de ligne de dislocation faible (0,15 µm) est utilisée pour calculer la densité ρ . Pour des raisons statistiques, cette valeur est donc considérée comme une borne haute de la densité réelle présente dans le matériau.

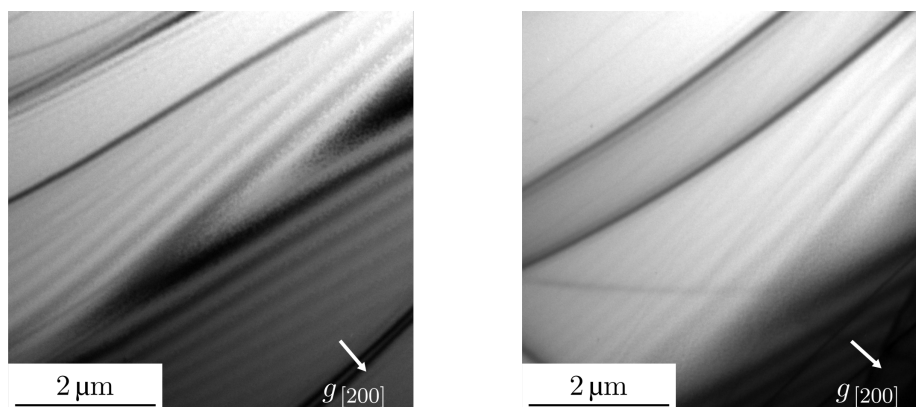


FIGURE 2.6 – Images MET en champ clair ne présentant aucun contraste de diffraction associé à la présence de dislocations. La condition d’imagerie est donnée par le vecteur de diffraction \underline{g} .

2.1.3 Grandeurs mécaniques caractéristiques

Les grandeurs mécaniques macroscopiques caractéristiques du monocristal M sont très éloignées de celles du polycristal T217. Les monocristaux sont mous, extrêmement anisotropes et se caractérisent par leur très faible limite d’élasticité et leur grande ductilité. Ce comportement s’explique par l’absence d’éléments interstitiels (C, N), par une faible densité de dislocation initiale et l’absence de joints de grains.

2.1.3.1 Constantes élastiques

La maille cristalline dans l’austénite au repos possède la symétrie cubique. Son comportement élastique est donc caractérisé par les trois constantes d’élasticité présentées dans le tableau 2.3. Les valeurs utilisées tout au long de ce manuscrit sont issues du travail [157] sur le comportement élastique de l’acier 316L.

	C11	C12	C44
316L (d’après [157])	206	133	119

TABEAU 2.3 – Constantes élastiques en GPa de l’acier 316L.

2.1.3.2 Dureté

Le tableau 2.4 présente les résultats d’essais de microdureté. Ces essais ont été réalisés sur des coupes polies au micron avec un indenteur Vickers et une charge nominale de 100g. La dureté est déterminée à partir de la longueur des diagonales des marques d’indentation, mesurée par microscopie optique. Les résultats du tableau sont une synthèse des valeurs d’une soixantaine d’indents par matériau, répartis sur une section du monocristal d’environ $10 \times 17 \text{ mm}^2$ (cf. annexe B) et sur une surface de même taille de la tôle.

Comme attendu, la dureté du monocristal est plus faible que celle de la tôle. La dureté est par ailleurs homogène dans la section du barreau de monocristal comme l’illustre le faible écart type

des résultats.

	T217	Monocristal M
HV (100g)	146 ± 5	111 ± 2
Direction d'indentation	—	[1 0 0]

TABLEAU 2.4 – Dureté Vickers (100g) sur coupes polies au micron.

2.1.3.3 Comportement en traction monotone

Les comportements macroscopiques en traction du monocristal M et de la tôle T217 sont illustrés par la figure 2.7. La limite d'élasticité du polycristal est estimée à 255 MPa ($R_{p0,2\%}$) [152]. Comme le montre la figure 2.8, le comportement du monocristal est fortement anisotrope, avec une limite d'élasticité apparente qui varie entre 50 MPa et 105 MPa. L'écroutissage du matériau (monocristallin et polycristallin) est important puisque à 30 % de déformation totale la valeur de la contrainte est trois fois supérieure à la limite d'élasticité.

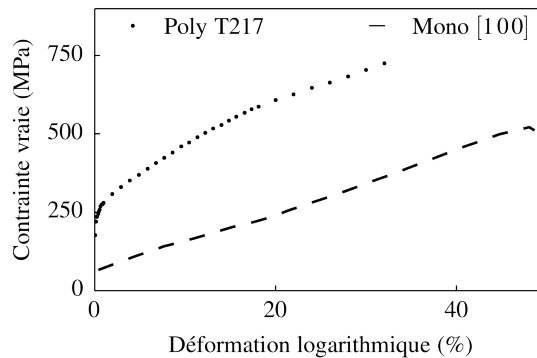


FIGURE 2.7 – Courbes de traction rationnelles quasi-statiques à température ambiante obtenues sur des éprouvettes polycristallines de tôle T217 [152] et sur une éprouvette de monocristal M sollicitée dans la direction [1 0 0] ($\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$) [154].

2.1.3.4 Comportement du monocristal dans la transition élasto-plastique

Une connaissance fine du comportement du monocristal M dans la transition élasto-plastique est particulièrement importante pour appuyer le travail rapporté dans ce manuscrit. En effet, les essais de flexion présentés plus loin font intervenir des déformations totales du matériau en deçà de 0,5 %. Dans ces essais, le cristal est principalement sollicité suivant les directions $\langle 100 \rangle$. On cherche donc à déterminer le comportement en traction du cristal, dans la direction [1 0 0], lors des premiers instants de la plasticité.

Les données disponibles sur le monocristal M, issues de la thèse [154], ne sont pas adaptées pour étudier le comportement à faibles déformations plastiques. En particulier car la déformation de l'éprouvette y est estimée à partir de la mesure du déplacement traverse du mors mobile de la machine de traction. Cette méthode de mesure, sensible aux interactions entre les têtes de

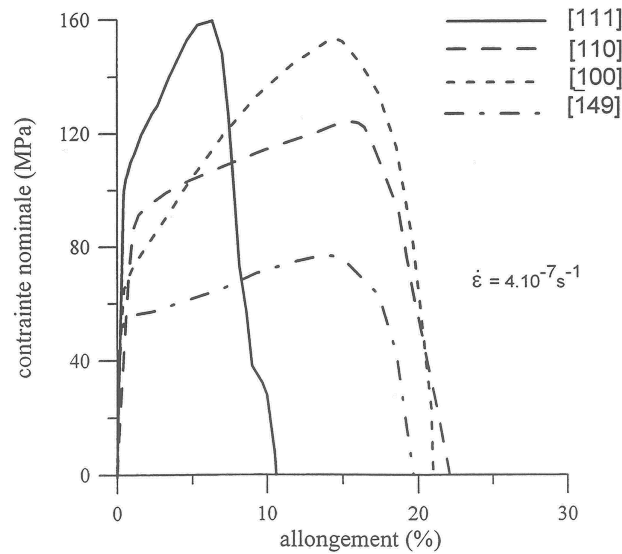


FIGURE 2.8 – Influence de la direction de traction sur la réponse mécanique du monocristal M [154]. Essais réalisés sur des éprouvettes de corrosion sous contrainte dans un milieu MgCl_2 à 117°C .

l'éprouvette et les mors de traction, n'est pas suffisante pour résoudre avec précision la transition élasto-plastique.

Deux essais de traction avec suivi de la déformation de l'éprouvette par corrélation d'images numériques et extensométrie vidéo ont été réalisés avec l'aide de E. Bosso, N. Brynaert et M. Mahé. Ces essais se déroulent in-situ dans un microscope électronique à balayage. Au centre de la partie utile de l'éprouvette sont déposés par lithographie deux marqueurs et un mouchetis constitués d'un fin dépôt d'or (cf. figure 2.9). L'or vient créer un contraste de Z (numéro atomique) dans les images en électrons rétrodiffusés, que l'on utilise pour faire de la corrélation d'images sur le mouchetis.

Dans la transition élasto-plastique, le champ de déformation mesuré sur le mouchetis est relativement homogène. La valeur de déformation moyenne sur le champ représente bien la déformation du matériau dans la section utile de l'éprouvette. En effet, à ces faibles niveaux de plasticité, la déformation n'est pas localisée. En particulier, nous montrerons que la déformation moyenne sur le champ du mouchetis ($400 \times 400 \mu\text{m}^2$) est identique à la déformation estimée sur une base de mesure plus importante (2 mm) par vidéo-extensométrie entre les deux marqueurs.

Les éprouvettes de traction, notées Trac1 et Trac2, ont été découpées dans le bloc de monocristal M par électro-érosion suivant le plan présenté dans l'annexe B. Les axes des éprouvettes sont parallèles aux axes $\langle 100 \rangle$ du cristal à $\pm 3^\circ$. Les deux faces de l'éprouvette ont été polies avec un papier abrasif SiC 1000 pour s'affranchir de l'écrouissage de surface induit par le procédé de découpe. La face observée a ensuite été polie jusqu'à une finition au diamant $1 \mu\text{m}$. La partie utile des éprouvettes est longue de $8,0 \pm 0,1 \text{ mm}$ et large de $3,0 \pm 0,1 \text{ mm}$. L'épaisseur de l'éprouvette Trac1 est de $0,57 \pm 0,01 \text{ mm}$, celle de l'éprouvette Trac2 de $0,47 \pm 0,02 \text{ mm}$. Les caractéristiques du mouchetis utilisé et de la technique de dépôt sont celles développées à EDF et rapportées dans les travaux de thèse d'A. Guery [7, 158].

La platine de traction utilisée est un modèle Aquila de la société Micromecha. Elle est équipée

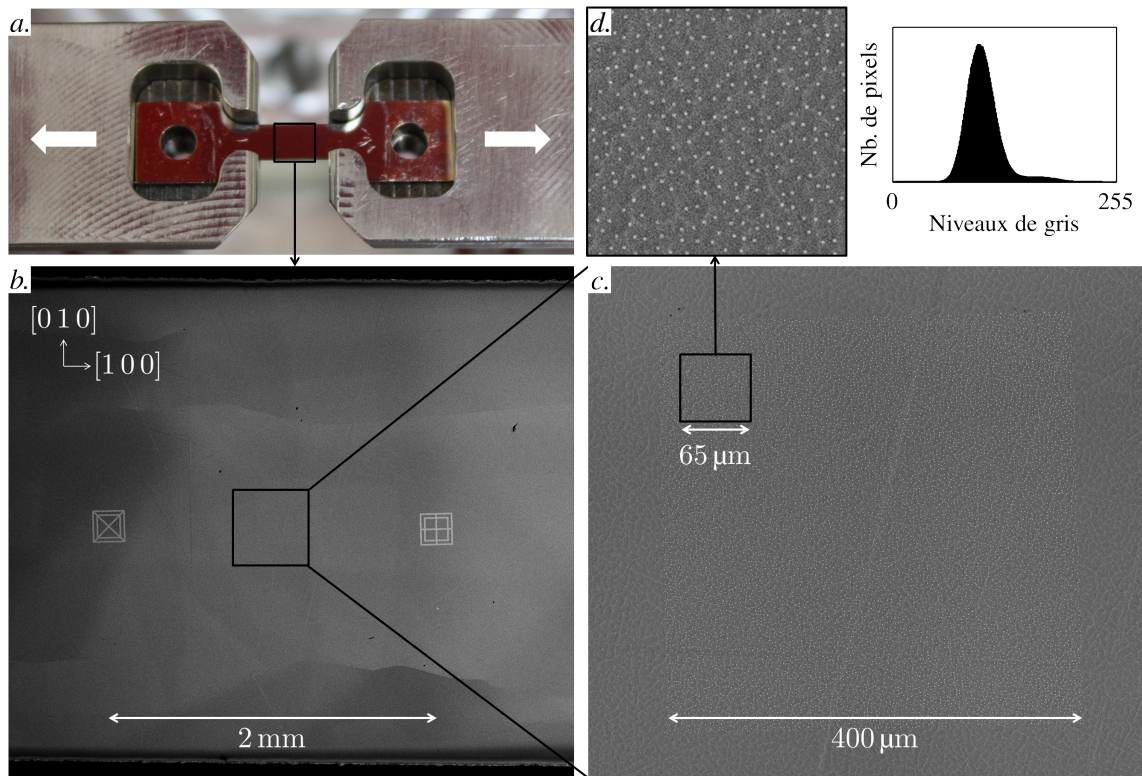


FIGURE 2.9 – Essai de traction avec mesure de la déformation par corrélation d’image et extensométrie. *a.* Éprouvette en place dans les mors de la machine de traction in-situ du MEB. *b.* Deux marques et un mouchetis d’or sont déposés par lithographie au centre de la partie utile de l’éprouvette (image en électrons rétrodiffusés). *c.* et *d.* détails du mouchetis avec l’histogramme de niveaux de gris associé à l’image en électrons rétrodiffusés utilisée pour la corrélation d’images. Les taches du mouchetis ont une taille de 1 μm et sont espacées en moyenne de 2,5 à 5 μm .

d'une cellule de force de 2000 N avec une incertitude sur la mesure de la force d'environ 0,5 %. Cette machine est adaptée pour travailler sous vide dans un microscope électronique à balayage. Le MEB utilisé est un MIRA 3 de la société TESCAN qui a la particularité de posséder un système d'imagerie grand champ avec de faibles distorsions d'images. Le chargement est effectué avec une vitesse de consigne¹ de $1,25 \times 10^{-4}$ (déplacement de la traverse à $1 \mu\text{m s}^{-1}$). L'essai est interrompu régulièrement (tous les 6 N dans la pente élastique puis tous les 0,1 % jusqu'à environ 2 % de déformation totale). Deux images en électrons rétrodiffusés sont acquises à chaque pas de chargement avec une tension de 30 kV et un courant de 0,5 nA à une distance de travail de 15 mm. La première image, grand champ ($3,5 \times 3,5 \text{ mm}^2$), permet d'évaluer le déplacement des marqueurs pour la mesure d'extensométrie. La deuxième image, localisée sur le mouchetis ($500 \times 500 \mu\text{m}^2$), est utilisée pour la corrélation d'images.

Les images du mouchetis (2048×2048 pixels, 8 bits, 1 pixel = $0,27 \mu\text{m}$) sont traitées avec le logiciel VIC_2D. Comme l'illustre la figure 2.10, l'image est discrétisée en imagerie carrées de 50 pixels de côté espacées de 10 pixels. Le déplacement suivant une transformation qui autorise le changement de forme des imagerie (i.e. au moins une transformation homogène) est déterminée en minimisant un coefficient de corrélation normalisé. Le champ de déformation est calculé puis lissé par un filtre gaussien de largeur totale de 15 imagerie. L'incertitude sur la mesure locale (0,06 %) est estimée comme la déformation moyenne mesurée en corrélant deux images du mouchetis translaté physiquement de $10 \mu\text{m}$ selon \underline{x} et \underline{y} .

Le champ de déformation suivant l'axe de traction obtenu pour 0,5 % de déformation moyenne est illustré par la figure 2.11. L'hétérogénéité du champ s'explique par la grande résolution spatiale de la mesure qui permet de détecter la localisation des déformations autour des premières bandes de glissement. Ces bandes de glissement appartiennent à au moins deux systèmes actifs qui se croisent perpendiculairement en surface. La déformation moyenne sur le champ est utilisée pour estimer la déformation macroscopique de la partie utile de l'éprouvette.

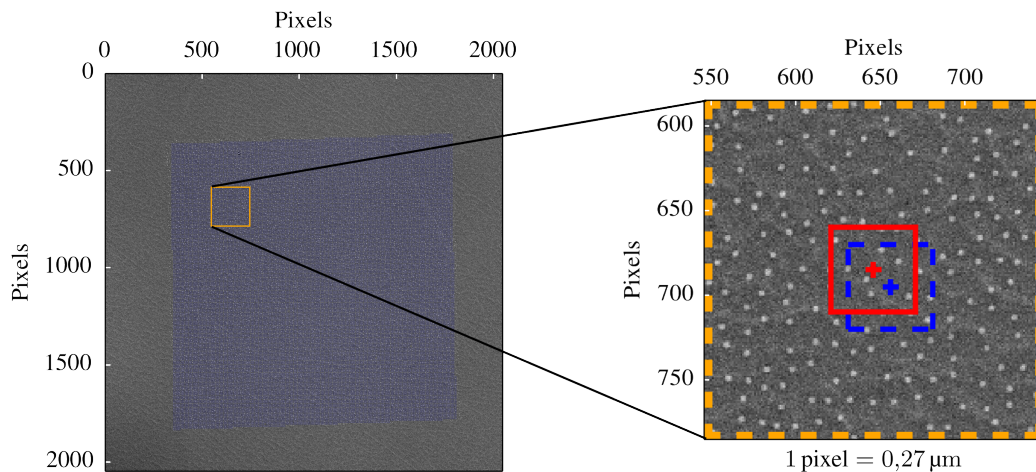


FIGURE 2.10 – Mesure par corrélation d'images du champ de déformation totale sur le mouchetis. L'image initiale est discrétisée en imagerie carrées de 50 pixels de coté, avec un pas de 10 pixels.

Les valeurs de déformation moyenne issues de la corrélation d'images permettent de tracer les

1. La vitesse de déformation réelle, évaluée à posteriori par corrélation d'image, varie entre 10^{-5} et $1,2 \times 10^{-4}$. Cette variation est attribuée aux phases d'accélération provoquées par les interruptions fréquentes du chargement.

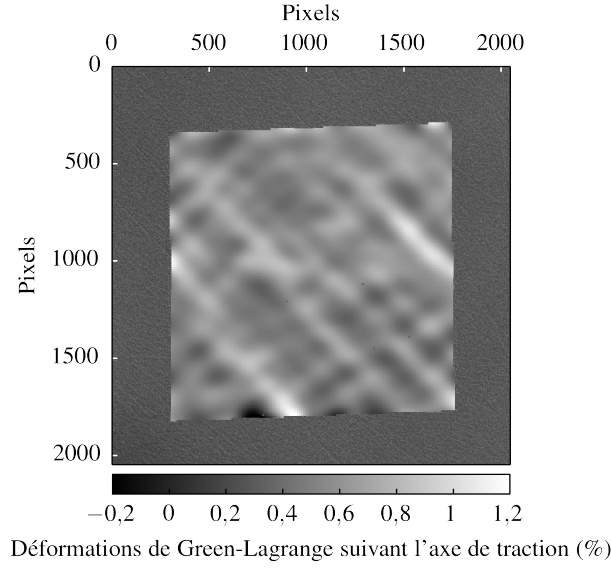


FIGURE 2.11 – Champ de déformation totale à 0,5 % de déformation moyenne. Des bandes de localisation apparaissent en lien avec le positionnement des bandes de glissement sous-jacentes.

courbes de la figure 2.12. Ces courbes sont très similaires à celles obtenues avec les mesures d’extensométrie sur les marqueurs (cf. figure 2.13). La mesure par extensométrie est réalisée manuellement avec une incertitude sur la position des marqueurs de l’ordre de 1 pixel (1 pixel = 1,71 μm), rapportée à une base de mesure d’environ 1100 pixels. L’incertitude sur la mesure des déformations est donc estimée à 0,1 %, à comparer avec des valeurs de l’ordre de 0,06 % en corrélation d’images. Les mesures par extensométrie sont donc plus incertaines que celles réalisées par corrélation d’images. Elles permettent cependant de valider la représentativité du champ observé en CIN ($400 \times 400 \mu\text{m}^2$) puisque les mesures sont cohérentes avec celles réalisées sur une base de mesure plus large (2 mm).

Les courbes de traction (figure 2.12) permettent d’observer sans ambiguïté le franchissement de la limite d’élasticité, détectée à 0,1 % de déformation pour une contrainte d’environ 60 MPa. Ces valeurs physiques peuvent paraître éloignées de la limite d’élasticité apparente pour des courbes de traction conventionnelles dans le domaine plastique (c.f. figure 2.14).

On s’intéresse maintenant au comportement du monocristal à plus fort taux de déformation. Connaissant précisément le comportement du cristal dans la transition élasto-plastique, il est possible de corriger la mesure de la déformation calculée à partir du déplacement traverse. Cette mesure rend compte du déplacement du mors mobile qui est différent du déplacement imposé aux limites de la partie utile de l’éprouvette. Une correction envisageable est de supposer que la machine se comporte comme un ressort de raideur K . L’allongement réel de l’éprouvette $\Delta l_{\text{réel}}$ dépend alors du déplacement mesuré $\Delta l_{\text{mesuré}}$ et de la force F de la manière suivante :

$$\Delta l_{\text{réel}} = \Delta l_{\text{mesuré}} - \frac{F}{K} \quad (2.1)$$

Le coefficient K est ajusté de manière à ce que la déformation traverse corrigée soit proche de celle mesurée par corrélation d’images. Avec une valeur $K = 1 \text{ kN mm}^{-1}$ et en considérant l’existence d’un jeu initial dans la machine (i.e. en postulant une elongation nulle pour un niveau

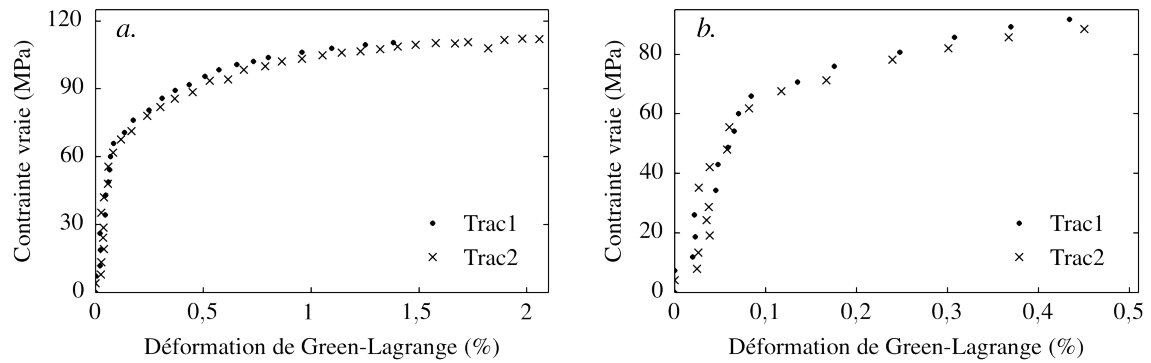


FIGURE 2.12 – *a.* Comportement du monocristal M dans la transition élasto-plastique, en traction suivant la direction $[1\ 0\ 0]$, pour une vitesse de déformation de $1,2 \times 10^{-4}$. La déformation est mesurée par corrélation d’images sur un champ de $400 \times 400 \mu\text{m}^2$ au centre de la partie utile de l’éprouvette. *b.* Détail de la courbe (*a.*)

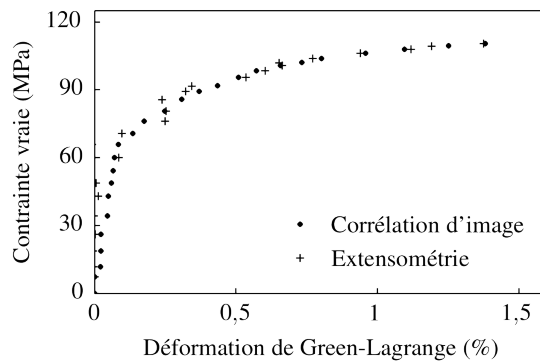


FIGURE 2.13 – Comparaison des mesures de déformation réalisées par corrélation d’image et par extensométrie durant l’essai Trac1.

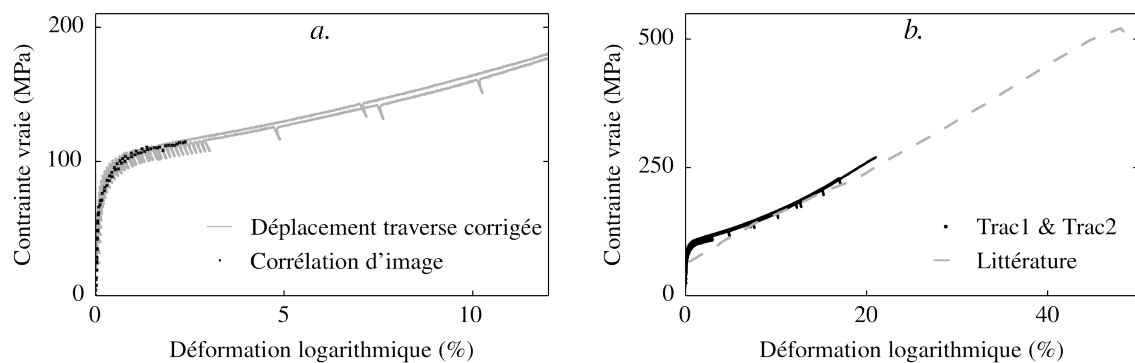


FIGURE 2.14 – *a.* Courbe de traction basée sur le déplacement du mors de traction, corrigée de la raideur machine pour décrire correctement les points issus de la corrélation d’images. *b.* Comparaison de la réponse du monocristal M suivant la direction $[1\ 0\ 0]$ (corrigée de la raideur machine) avec les données issues de la thèse [154].

de précharge suffisant : 50 % de la limite d'élasticité), il est possible de décrire convenablement les premiers instants de la plasticité comme le montre la figure 2.14. En tenant compte de ce déplacement corrigé, on remarque que le comportement plastique mesuré dans nos essais est en accord avec les données de la thèse [154] (cf. figure 2.14).

2.1.4 Mécanismes de plasticité en déformation monotone

L'énergie de faute d'empilement (EFE) est un indicateur de la difficulté avec laquelle des défauts planaires apparaissent dans les cristaux. Cette énergie est un paramètre important pour comprendre le caractère dissocié de certaines dislocations. Elle gouverne également les phénomènes de maclage et de transformation de phase lors de la déformation plastique.

Pour une EFE élevée, l'austénite est stable vis-à-vis de la déformation. Le mécanisme prépondérant est le glissement de dislocations parfaites. Lorsque l'EFE diminue, le glissement de dislocations dissociées, du micromaclage et des transformations de phase martensitiques sont activés [159].

La formule empirique de Pickering permet d'estimer l'EFE en fonction de la composition chimique massique de l'acier, à température ambiante [160] :

$$\text{EFE (mJ m}^{-2}\text{)} = 25,7 + 2 \% \text{Ni} + 410 \% \text{C} - 0,9 \% \text{Cr} - 77 \% \text{N} - 13 \% \text{Si} - 1,2 \% \text{Mn} \quad (2.2)$$

Cette expression donne une énergie d'environ 32 mJ m⁻² pour la nuance T217, et 40 mJ m⁻² pour le monocristal M. Cette valeur intermédiaire est à comparer avec celle de l'or (32 mJ m⁻²) et du cuivre (45 mJ m⁻²), métaux purs dans lesquels les dislocations sont seulement faiblement dissociées [161].

2.1.4.1 Stabilité vis-à-vis des transformations martensitiques

L'EFE diminue fortement avec la température. En dessous d'une température critique, notée M_d , l'austénite commence à se déformer partiellement par transformation martensitique. Dans le cas de la tôle T217, dont l'EFE est plus faible que le monocristal M, M_d reste inférieure à 20 °C [152]. À température ambiante, nos nuances d'acier 316L sont stables vis-à-vis des transformations de phases. Expérimentalement il a été vérifié dans un échantillon de T217, déformé de 36% en traction, qu'aucune évolution significative de la quantité de martensite n'est détectable [152].

2.1.4.2 Stabilité vis-à-vis du maclage d'origine mécanique

Le maclage dans l'austénite, de structure cubique à faces centrées, est favorisé par une faible EFE, donc à basse température. L'apparition de ce mécanisme est intimement lié à la composition chimique du matériau et en particulier à sa teneur en carbone et en azote. Le maclage apparaît de manière classique pour des niveaux de déformation élevés ou à fortes vitesses de sollicitation [162].

Dans la référence [163], des observations au microscope électronique à transmission sont réalisées sur un acier 316L sollicité en traction quasi-statique à différents niveaux de déformation. L'article ne donne pas la composition chimique des échantillons mais la valeur de 30 mJ m⁻² est évoquée. La déformation de cet acier est expliquée uniquement en termes de glissement des dislocations et il n'est jamais fait mention de la présence de maclage.

Nos nuances d'acier sont donc stables vis-à-vis du maclage lorsqu'on les sollicite à température ambiante, de manière monotone quasi-statique à faibles déformations. Dans ces conditions, le comportement plastique du matériau est donc contrôlé par le seul mouvement des dislocations.

2.1.4.3 Glissement cristallographique dans l'austénite

Dans les cristaux de structure cubique à faces centrées (CFC), les plans cristallographiques denses sont de type $\{111\}$. Les dislocations parfaites peuvent glisser dans ces plans suivant les directions denses de type $\langle 110 \rangle$. Les 12 systèmes de glissement de la structure CFC sont rappelés dans le tableau 2.5 selon la convention de Schmid & Boas. À température ambiante et hors des cas de fluage (où les vitesses de sollicitation sont alors très faibles, $< 10^{-5}$), le glissement est largement prépondérant sur les mouvements de montée.

Plan \underline{n}	(111)			$(1\bar{1}1)$		
Direction \underline{m}	$[\bar{1}01]$	$[0\bar{1}1]$	$[\bar{1}10]$	$[\bar{1}01]$	$[011]$	$[110]$
Schmid & Boas	B4	B2	B5	D4	D1	D6
$\mu_{\text{Schmid}} : \sigma_{[010]}$	0	$1/\sqrt{6}$	$1/\sqrt{6}$	0	$1/\sqrt{6}$	$1/\sqrt{6}$
Plan \underline{n}	$(\bar{1}11)$			$(\bar{1}\bar{1}1)$		
Direction \underline{m}	$[0\bar{1}1]$	$[110]$	$[101]$	$[\bar{1}10]$	$[101]$	$[011]$
Schmid & Boas	A2	A6	A3	C5	C3	C1
$\mu_{\text{Schmid}} : \sigma_{[010]}$	$1/\sqrt{6}$	$1/\sqrt{6}$	0	$1/\sqrt{6}$	0	$1/\sqrt{6}$

TABLEAU 2.5 – Systèmes de glissement de la structure CFC d'après Schmid & Boas. Le vecteur \underline{n} indique la normale au plan de glissement. Le vecteur \underline{m} indique la direction de glissement. Le facteur de Schmid μ_{Schmid} est rappelé pour une contrainte uniaxiale suivant l'axe $[010]$ du cristal.

Dans le cas de l'austénite du 316L, l'EFE relativement faible permet aux dislocations de se dissocier en deux dislocations partielles reliées par un défaut d'empilement. Dans cette configuration, le coût énergétique pour faire changer la dislocation de plan de glissement est très important. Le glissement reste donc exclusivement planaire, contrairement aux métaux à forte EFE dans lesquels on observe du glissement dévié.

Bilan

Dans sa nuance polycristalline de référence T217, le 316L possède une microstructure monophasée austénitique présentant très peu de précipités et moins de 1% de ferrite résiduelle. Le monocristal austénitique de notre étude est un matériau modèle des grains qui composent sa microstructure. Ce monocristal est constitué de larges sous-grains faiblement désorientés ($< 1^\circ$) et possède une densité de dislocations initiale inférieure à $1,6 \times 10^{10} \text{ m}^{-2}$. Par une série d'essais de traction in-situ, le comportement suivant l'axe $[100]$ du monocristal a été caractérisé dans la transition élasto-plastique, pour une déformation totale inférieure à 2%. L'austénite de nos matériaux est stable vis-à-vis du maclage et des transformations de phase lorsqu'elle est sollicitée à température ambiante, de manière monotone quasi-statique. Le mécanisme prépondérant de la déformation plastique est alors le glissement planaire de dislocations faiblement dissociées.

2.2 Conditions expérimentales

Cette section vise premièrement à apporter des éléments de justification du choix des conditions expérimentales utilisées pour les essais de flexion rapportés dans ce manuscrit. Les avantages de la mise en œuvre d'essais de flexion quatre points y sont décrits. L'importance de ce type de sollicitation mécanique a conduit les partenaires du projet ANR Microstress à concevoir une micro-machine spécifique utilisée et perfectionnée durant ma thèse. Le choix des caractéristiques géométriques des éprouvettes est abordé. Enfin nous présenterons la gamme de préparation des éprouvettes, mise au point pour satisfaire aux contraintes imposées par les techniques HR-EBSD et de microdiffraction Laue.

2.2.1 Avantages de l'essai de flexion quatre points

Les avantages de l'essai de flexion quatre points, présenté dans cette section, ont été montrés dans le cadre de la validation des mesures de microdiffraction Laue [16, 39] et d'HR-EBSD [11] sur des monocristaux de silicium. Dans le cadre des travaux de thèse de S. Villert [11], un montage manuel non-instrumenté avait été conçu et fabriqué à l'École des mines de Saint-Étienne pour réaliser des mesures in-situ en HR-EBSD. Au lancement du projet ANR Microstress, il a été décidé de développer ce concept et de réaliser une micro-machine instrumentée. L'objectif de la démarche était de permettre la réalisation d'essais in-situ de flexion, avec le même équipement mécanique et sur des éprouvettes similaires, dans le microscope électronique à balayage en HR-EBSD et sur la ligne BM32 de l'ESRF en microdiffraction Laue.

Comme l'illustre la figure 2.15, l'essai de flexion permet d'introduire dans l'éprouvette un gradient de contrainte couvrant des états mécaniques de traction et de compression. Pour un monocristal homogène sollicité dans ses axes de symétrie, il existe à mi-épaisseur de l'échantillon une fibre neutre sur laquelle l'état de contrainte est nul. On sera donc capable d'évaluer le champ de contrainte avec une technique relative de mesure (HR-EBSD ou Laue-DIC), en choisissant le point de référence sur la fibre neutre. La position de la fibre neutre est évidemment perturbée par la présence d'hétérogénéités structurales ou par le comportement anisotrope du matériau. Cependant, la flexion reste le seul essai mécanique standard qui permet de conserver un état de contrainte proche de zéro dans une partie de l'échantillon.

Durant l'essai de flexion, le matériau est sollicité localement en traction ou en compression. Il est possible d'étudier simultanément ces deux états mécaniques avec une seule mesure de champ.

L'utilisation de quatre points de flexion présente deux avantages. Premièrement, la sollicitation mécanique est invariante quelle que soit la position selon la direction y comprise entre les deux appuis centraux. Autrement dit, un défaut sur le positionnement des acquisitions suivant l'axe y n'aura pas d'influence sur le résultat des mesures, dans le cas d'un matériau homogène. Deuxièmement, les contacts entre les points d'appuis et l'éprouvette sont situés loin du point O où sont réalisées les mesures. Contrairement à la flexion trois points, le champ au centre de l'échantillon n'est pas perturbé par l'effet local d'un contact.

2.2.2 La machine de flexion in-situ du projet ANR Microstress

La conception du premier prototype de machine de flexion instrumentée a été portée par Y. Giroir et C. Giral durant leur projet de fin d'études [164] au laboratoire PIMM d'Arts et Métiers ParisTech. Ce prototype a été réalisé à Mines Saint-Étienne par B. Allirand, G. Chauve et J. Mon-

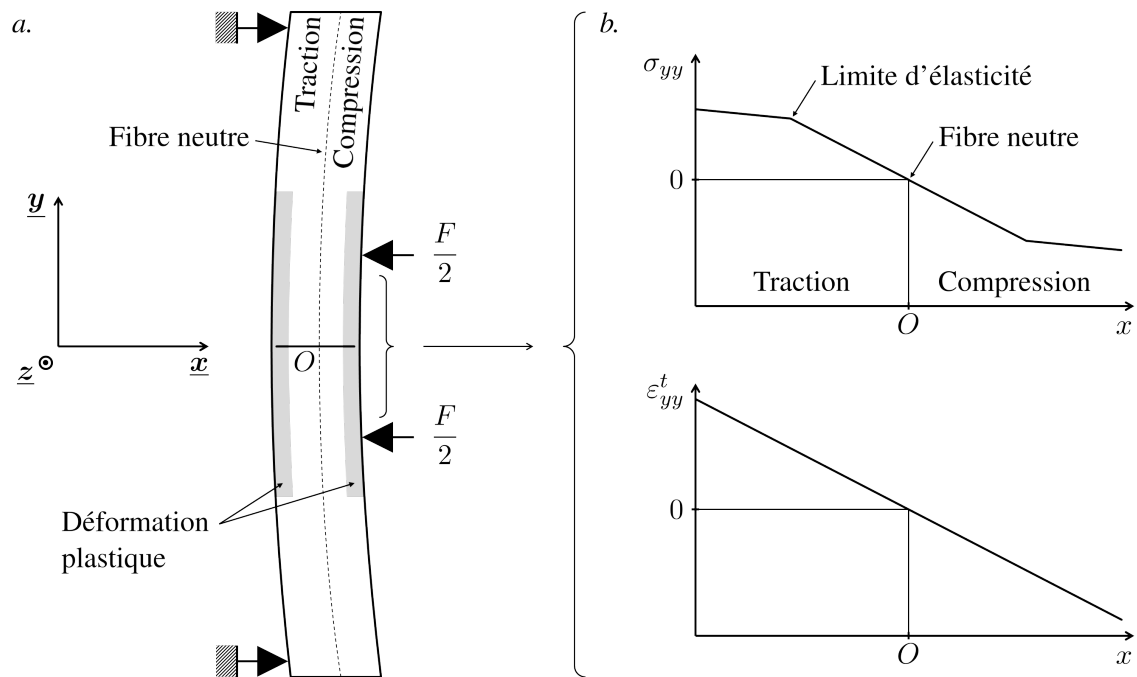


FIGURE 2.15 – Essai de flexion quatre points dans le cas d'un matériau homogène isotrope. *a.* Illustration du gradient de contrainte se développant dans l'épaisseur de l'échantillon (direction \underline{x}). *b.* Composante suivant l'axe \underline{y} du champ de contrainte $\underline{\sigma}$ et de déformation totale $\underline{\varepsilon}^t$ présents dans l'épaisseur de l'échantillon. Ces champs sont invariants suivant \underline{y} entre les deux appuis centraux.

natte. La machine possède un faible encombrement ($148 \times 53 \times 44 \text{ mm}^3$) et peut être placée en position tiltée dans un microscope électronique à balayage. Elle peut fonctionner sous vide.

Cette machine possède un système de fixation par queue d'aronde. Ce système permet de la déplacer très facilement d'un poste d'observation à un autre tout en maintenant l'éprouvette sous charge. Cette caractéristique a été mise à profit pour mesurer alternativement le champ de déplacement total par corrélation d'images sous microscope optique, et le champ de déformation élastique sur le dispositif de microdiffraction Laue. Le déroulement de cet essai est présenté en détail dans la section 2.4.

Au moment de l'acquisition des données rapportées dans ce manuscrit, le prototype ne possédait pas encore un système d'acquisition informatisé et le capteur de déplacement n'était pas présent. Des améliorations nécessaires à apporter à la chaîne mécanique ont été par ailleurs détectées. La prise en compte du retour d'expérience et l'évolution de la conception de la machine ont été réalisées par J.-B. Marijon. La machine actuelle, présentée en figure 2.16, possède une interface logicielle (développée par J. Monnatte) qui permet le contrôle du moteur et l'enregistrement des valeurs de force et de déplacement issues des capteurs.

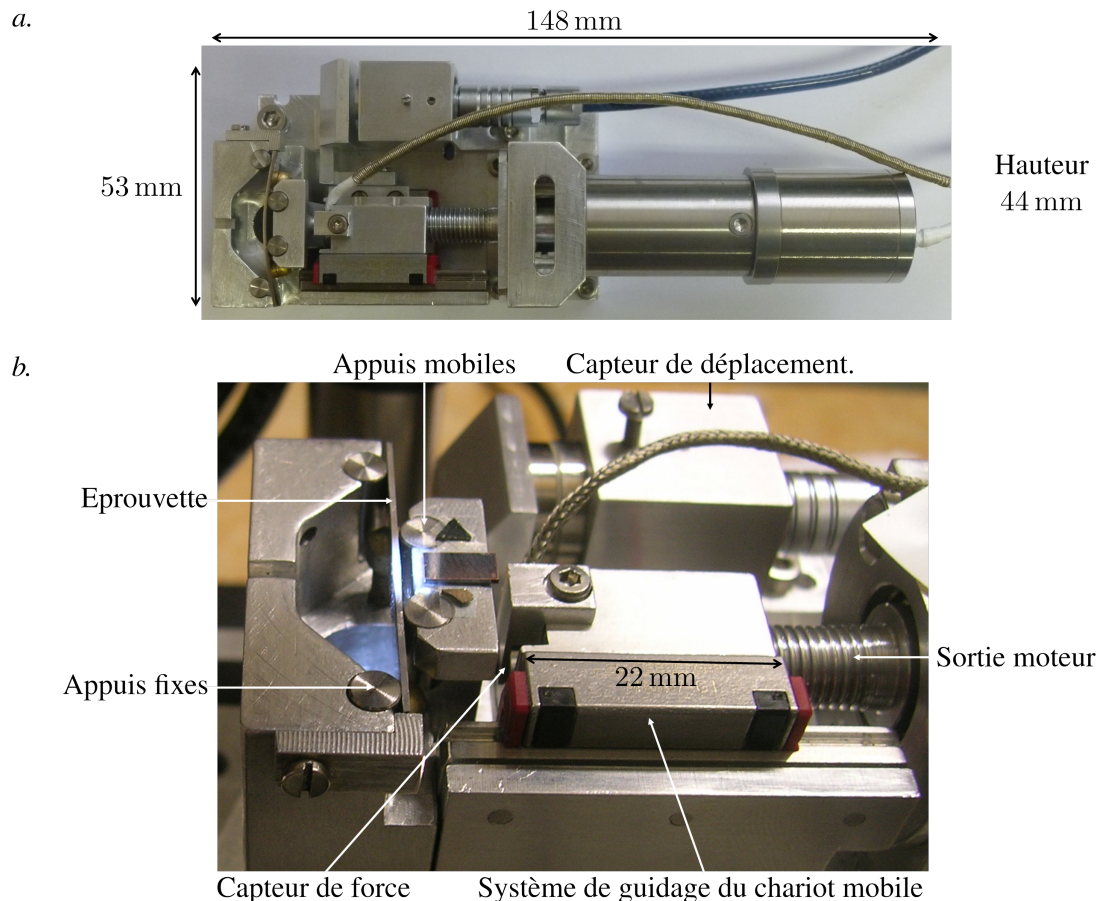


FIGURE 2.16 – Machine de flexion quatre points développée au sein du projet ANR Microstress, compatible avec les contraintes géométriques de l'HR-EBSD et de la microdiffraction Laue. *a.* Vue d'ensemble et encombrement de la machine instrumentée. *b.* Détail du montage de l'éprouvette.

La machine est conçue pour travailler sur des éprouvettes de dimension $30 \times 5 \times e \text{ mm}^3$ avec

e l'épaisseur variable de l'échantillon. Les quatre points d'appuis sont régulièrement espacés de 9 mm suivant y. Le dispositif dispose de deux cellules de force : 20 N et 200 N. Le capteur de déplacement est capable de réaliser une mesure sur une plage de 2 mm avec une résolution de l'ordre du micron.

2.2.3 Préparation des éprouvettes

2.2.3.1 Dimensionnement

La géométrie des éprouvettes de flexion est présentée dans la figure 2.16. Leur longueur L est supérieure à l'écart maximal entre les appuis des deux machines de flexion que nous avons utilisées. Cette longueur permet en outre d'observer le centre de l'échantillon tilté en position EBSD avec une distance de travail convenable de 15 mm. L'épaisseur $e = 0,5$ mm des échantillons résulte d'un compromis entre la taille de la zone qu'il est possible de scanner de façon contrôlée avec le MEB et la volonté de conserver des échantillons manipulables. La hauteur b est choisie de manière à conserver une forme de poutre élancée. Cette hauteur vaut environ deux fois l'écart entre les appuis centraux de la machine de flexion Microstress, ce qui permet de respecter le principe de Saint-Venant et d'obtenir au centre de l'échantillon un champ de flexion non perturbé par les contacts échantillon/appuis.

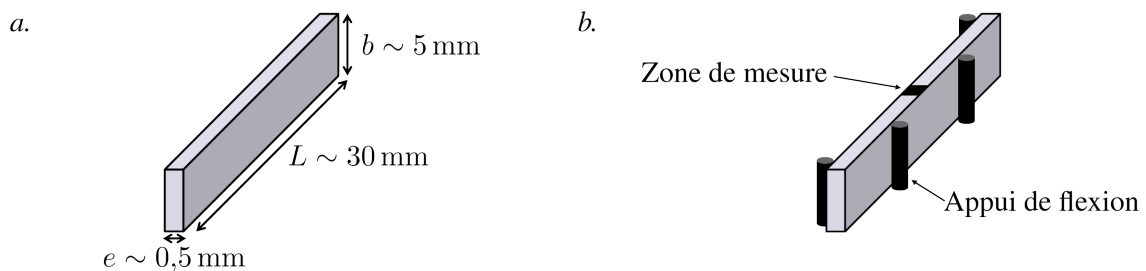


FIGURE 2.17 – *a.* Dimensions optimales pour les éprouvettes. *b.* Visualisation de l'éprouvette dans le montage de flexion quatre points.

2.2.3.2 Découpe par électroérosion et conséquences sur la préparation des échantillons.

Les éprouvettes de flexion ont été découpées dans le monocristal par le procédé d'électroérosion, comme illustré dans l'annexe B. Cette technique permet d'obtenir des pièces de petite taille aux dimensions très précises. Afin de limiter l'écrouissage local, nous avons sélectionné un réglage "semi-finition" plus lent que le réglage conventionnel mais avec un impact moindre sur la matière située à proximité du trait de coupe.

Comme le montre la figure 2.18, le procédé vient perturber le cristal sous la surface sur environ 150 μm . Les caractéristiques mécaniques de cette couche affectée sont a priori très différentes des caractéristiques du reste du cristal. Afin de ne pas perturber l'essai mécanique, nous avons souhaité éliminer ces couches écrouies d'un maximum de surfaces de l'éprouvette. Dans la pratique, les deux grandes faces (30×5 mm) de l'éprouvette ont été polies en supplément de la face sur laquelle sont réalisées les mesures de champ (cf. figure 2.17).

Afin d'atteindre l'objectif d'une épaisseur de cristal sain de 500 μm , les éprouvettes brutes sont découpées avec une épaisseur de 800 μm . La première étape de préparation a donc pour objectif

de supprimer la couche écrouie des deux grandes faces de l'éprouvette.

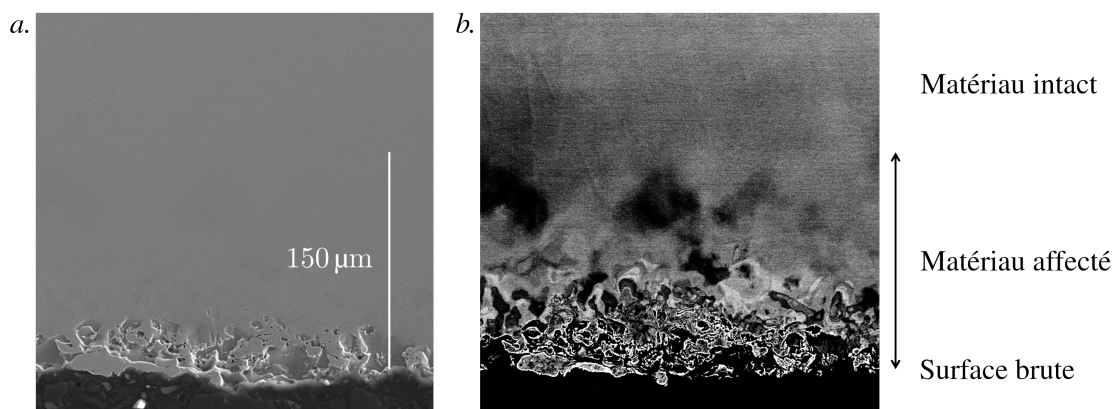


FIGURE 2.18 – Image en électrons secondaires (a.) et rétrodiffusés (b.) du volume de matière présent sous une surface découpée par électroérosion. La présence de contraste dans l'image b. indique la présence de gradients de rotation jusqu'à 150 µm sous la surface.

2.2.3.3 Préparation des grandes faces

Trois plots de polissage spécifiques permettent de polir les grandes faces des échantillons. Chaque plot est équipé de deux rainures découpées par électroérosion de 200 µm de profond et de 5,2 mm de large. Comme l'illustre la figure 2.19, on vient y fixer les éprouvettes en utilisant de la colle métallographique à chaud. Cette colle est liquide à 140 °C et se dissout très facilement dans un bain d'acétone. Le plot métallique est donc placé sur une plaque chauffante, la colle est déposée dans la rainure avant d'y placer l'éprouvette. Le refroidissement a lieu à l'air ambiant en posant sur le couple d'éprouvette un petit bloc de métal possédant un plan poli pour assurer un bon parallélisme lors du collage.

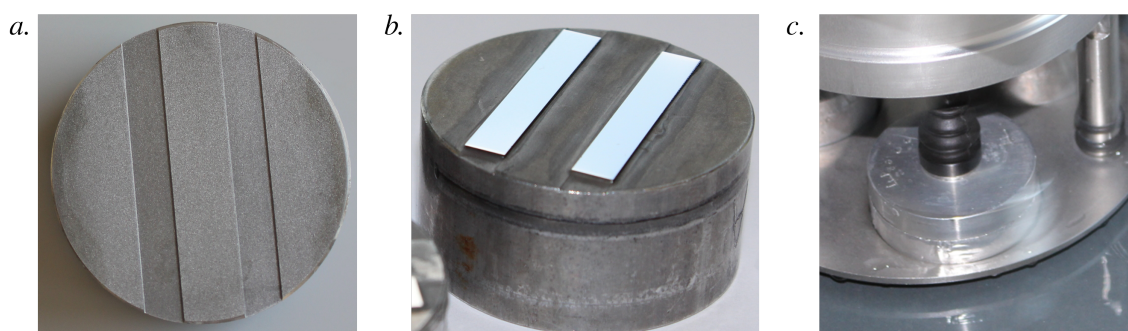


FIGURE 2.19 – Plot de polissage utilisé pour la préparation des grandes faces. a. Deux rainures profondes de 200 µm sont adaptées à la hauteur des éprouvettes. b. Éprouvettes collées à chaud. c. Plot en position dans la machine semi-automatique de polissage avec contrôle de la force.

Le polissage a ensuite lieu dans un système semi-automatique qui contrôle la force appliquée sur chaque plot. Le fonctionnement de la machine est optimal lorsque trois plots sont présents. Des plots de résine d'enrobage à chaud ne contenant aucun échantillon sont donc utilisés pour

équilibrer la machine si besoin. La gamme suivie est présentée dans le tableau 2.6. Le monocristal étant extrêmement mou et facilement endommageable, la première étape de la gamme fait intervenir un papier abrasif au grain relativement fin. Des draps de polissage permettant de conserver une bonne planéité sont utilisés afin de préserver la géométrie des éprouvettes. Une fois polies, les éprouvettes sont décollées à chaud et nettoyées dans deux bains d'acétone successifs et un bain d'eau déminéralisée.

Étape	SiC 1000	SiC 1000	SiC 1000	SiC 1200	SiC 2400
Temps	3 min	3 min	3 min	3 min	4 min
Force	15 N	15 N	15 N	15 N	10 N

Étape	SiC 4000	Dur 6 µm	Dur 3 µm	Dur 1 µm
Temps	4 min 30	4 min	7 min	15 min
Force	10 N	10 N	10 N	10 N

TABLEAU 2.6 – Gamme de polissage des éprouvettes monocristallines brutes d'électroérosion. L'appellation "Dur" fait référence au drap de polissage de la gamme du fournisseur Struers.

2.2.3.4 Préparation de la face observée

Les contraintes sur la préparation de la face d'observation ($0,5 \times 30 \text{ mm}^2$) sont principalement imposées par la technique HR-EBSD. Premièrement la surface doit être libre de tout écrouissage provenant des étapes de polissage. Deuxièmement la surface doit être la plus plane possible. En effet, le modèle HR-EBSD actuel fait l'hypothèse que la position du point source de la diffraction se déplace sur un échantillon parfaitement plan. Si ce n'est pas le cas, alors il existe un écart entre la position réelle et la position prise en compte par le logiciel. Cet écart va générer une mauvaise correction de la valeur des déplacements mesurés dans le cliché EBSD.

Un critère pour considérer le niveau de défaut de planéité acceptable peut être établi en considérant le raisonnement suivant. La technique de corrélation d'images permet de mesurer des déplacements d'environ 0,05 pixels de caméra. Pour un équipement standard dont la taille de pixel est d'environ 25 µm, cela correspond à un déplacement d'environ 1 µm. Un défaut de planéité inférieur à 1 µm sur l'échantillon ne sera donc pas détecté. Cette valeur est prise comme critère.

Durant le polissage, les défauts de planéité sont principalement dus aux effets de bord. C'est à dire à une différence de comportement mécanique ou électrique entre le matériau environnant (e.g. résine d'enrobage) et l'échantillon. La solution retenue pour éviter ce problème est de placer de part et d'autre de l'échantillon des éprouvettes similaires sacrificielles, des monocristaux de même orientation (cf. figure 2.20). Il est possible d'obtenir un bon contact entre l'échantillon et les éprouvettes sacrificielles car leurs grandes faces sont polies miroir. L'ensemble se comporte donc quasiment comme un unique échantillon plus large.

Une difficulté supplémentaire de la préparation est l'impératif de ne pas déformer l'éprouvette. Ce risque est en particulier très présent lorsque les éprouvettes sont coulées dans un plot de résine suivant l'usage des processus de polissage traditionnels. La résine d'enrobage vient alors adhérer aux surfaces libres des éprouvettes, lorsqu'elle ne pénètre pas entre ces dernières. Il est difficile de découper l'enrobage et d'extraire l'échantillon préparé sans le tordre.

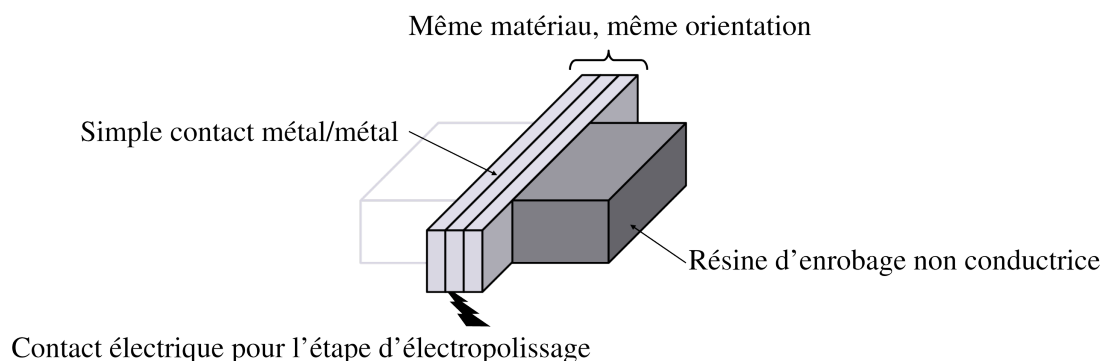


FIGURE 2.20 – Configuration utilisée pour polir la surface d’observation d’un échantillon.

Pour parer à ce problème, nous avons développé un système d’enrobage réversible. L’idée est de tenir les trois échantillons dans un système d’étau en résine, mobile uniquement à chaud. En utilisant de la colle métallographique, on assemble donc un enrobage qui permet de polir de manière conventionnelle dans la polisseuse semi-automatique. Cet enrobage est équipé d’un système de contact électrique assuré par une tresse de cuivre qui permet d’électropolir la surface préparée, et d’obtenir ainsi une surface sans écrouissage. La tresse de cuivre est maintenue au contact des échantillons par un morceau de mousse fixé dans la rainure présente dans l’enrobage sous l’échantillon. Les grandes étapes de la préparation sont illustrées dans la figure 2.21.

La gamme de polissage optimisée pour la préparation de la surface d’observation débute par la série d’étapes présentée dans le tableau 2.6. On rajoute ensuite une étape de 15 min de diamant de $0,25\ \mu\text{m}$ sur un drap souple avec une force imposée par échantillon de 10 N. La dernière étape est un polissage électrolytique de 25 s réalisé sous une tension de 30 V à une température de $6\ ^\circ\text{C}$. L’électrolyte utilisé est une solution d’acide perchlorique de type “A2” suivant la dénomination Struers.

2.2.3.5 Qualité de la préparation

La qualité de la préparation est estimée par deux techniques : la profilométrie optique pour la topographie de la surface et l’imagerie en contraste cristallin dans le MEB pour l’écrouissage. Les résultats typiques de ces deux techniques sont illustrés à la figure 2.22.

La profilométrie optique permet d’évaluer la topologie de la surface quasi-plane avec une résolution en altitude d’environ 50 nm. Elle permet de vérifier que la surface d’observation forme bien un plan avec la tolérance d’un micron nécessaire pour les mesures HR-EBSD. Généralement les conditions de planéité sont respectées excepté de 10 à $30\ \mu\text{m}$ du bord de la surface. Dans cette zone, un relief important provenant de l’étape d’électropolissage s’est développé. La mesure de ce relief par profilométrie est d’ailleurs incertain. Les mesures de champ que nous réaliserons seront donc concentrées sur une plage d’environ $450\ \mu\text{m}$ au centre de la surface.

L’imagerie en contraste cristallin (électrons rétrodiffusés) permet de détecter facilement des gradients de rotation associés à un changement de niveaux de gris dans l’image. En une seule image, il est possible de s’assurer que l’écrouissage associé aux micro-rayures des diamants de polissage a été totalement éliminé par l’étape de polissage chimique. L’homogénéité du contraste dans les différents sous-grains est vérifiée à plusieurs grossissements.

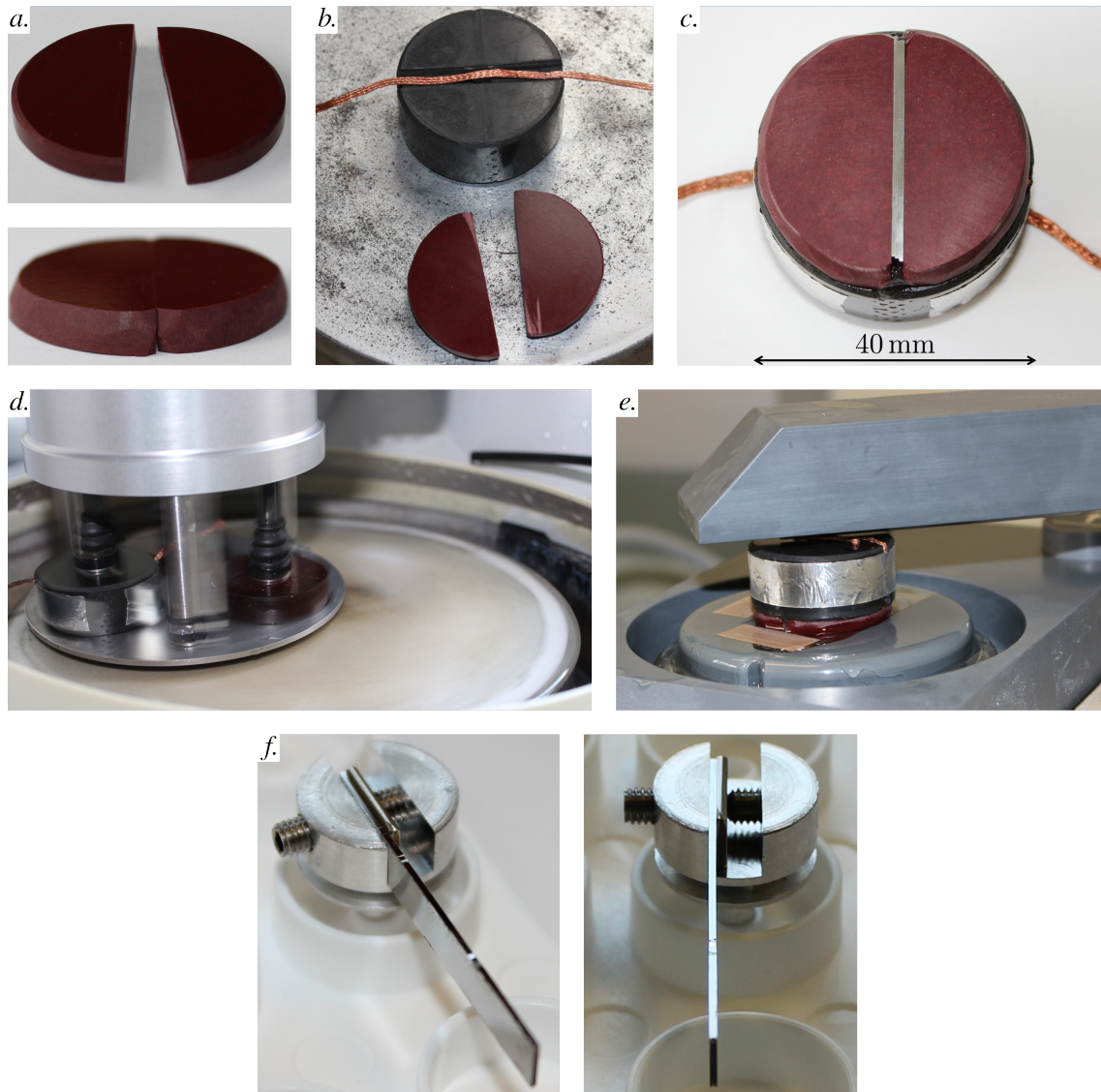


FIGURE 2.21 – Étapes de préparation de la face observée des échantillons. *a.* Moulage, découpe et polissage d'un plot de résine dont l'épaisseur est identique à la hauteur des éprouvettes. *b.* Un étai est réalisé en collant à chaud les deux demi-plots sur un support possédant une rainure. La rainure permet d'assurer un contact électrique en face arrière par l'intermédiaire d'une tresse de cuivre. *c.* Les échantillons sont mis en place à chaud et maintenus en position lors du refroidissement. *d.* Ils sont polis dans une machine semi-automatique. *e.* La région centrale est électropolie. *f.* L'échantillon prêt est libéré à chaud puis stocké avant l'essai.

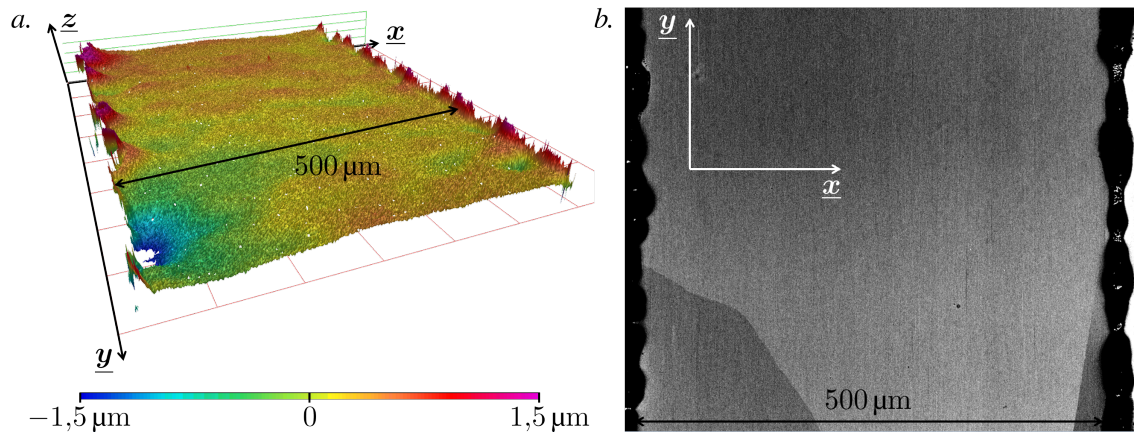


FIGURE 2.22 – Étape de validation de la préparation de la surface observée des échantillons. *a.* Mesure par profilométrie optique de la topologie permettant de vérifier que la zone centrale de la surface ($\sim 450 \mu\text{m}$) respecte les conditions de planéité requise pour une acquisition HR-EBSD. *b.* Image en contraste cristallin (électrons rétrodiffusés). Le contraste uniforme dans chaque sous-grain est une indication de la qualité de la préparation en terme d'écrouissage.

Bilan

Solliciter nos échantillons en flexion quatre points permet d'observer un champ mécanique riche (constitué d'états de compression et de traction) et de conserver un point de référence non contraint pour les mesures de déformations relatives. Une machine de flexion in-situ adaptée aux essais HR-EBSD et de micro-diffraction Laue a été développée dans le cadre du projet ANR Microstress. Cette machine polyvalente a été mise en œuvre pour réaliser alternativement les mesures de microdiffraction Laue et de corrélation d'images présentées dans la section 2.4. La préparation des échantillons de flexion permet de s'assurer que les essais mécaniques sont réalisés sur un matériau non-écroui homogène. Le processus de polissage de la surface d'observation est optimisé pour obtenir une mesure de qualité des champs de déformations élastiques, en particulier avec la technique HR-EBSD.

2.3 Déroulement de l'essai de validation Laue-DIC / HR-EBSD

L'essai présenté ici a été conçu pour évaluer la justesse des mesures de déformations élastiques dans un matériau déformé plastiquement. Les résultats de cette étude sont discutés au chapitre 3. L'objectif expérimental est de créer un profil de contraintes résiduelles dans une éprouvette de flexion, puis de mesurer l'état de déformation élastique associé par Laue-DIC et HR-EBSD afin de comparer les résultats.

Un monocristal homogène, non-contraint et non-écroui est sollicité en flexion quatre points. L'essai mécanique est interrompu régulièrement et le champ de déformation élastique dans l'épaisseur de l'échantillon est contrôlé in-situ par microdiffraction Laue. À la fin de l'essai, lorsque l'éprouvette est déchargée, un état de contraintes résiduelles subsiste. Cet état est évalué par microdiffraction Laue puis l'éprouvette est acheminée vers un MEB dans lequel une acquisition HR-EBSD est réalisée à la même position sur l'échantillon.

Dans cette section, on présente l'éprouvette utilisée et le déroulement de l'essai mécanique

associé. La manière d'obtenir les données de diffraction, leur qualité et le détail des méthodes de traitement utilisées sont décrites pour la microdiffraction Laue d'une part et pour l'HR-EBSD d'autre part.

2.3.1 Caractéristiques de l'éprouvette Flex1 et de la machine de flexion associée

L'éprouvette utilisée pour cette étude, nommée Flex1, a été découpée dans le monocristal suivant le schéma présenté dans l'annexe B. Ses arêtes sont alignées avec les axes de la maille cristalline comme l'illustre la figure 2.23. Le défaut d'orientation entre le repère du cristal et le repère de l'éprouvette est inférieur à 3° d'après les mesures réalisées ultérieurement en microdiffraction Laue. Après préparation (cf. section 2.2), les cotes de l'éprouvette sont $0,50 \times 4,8 \times 30 \text{ mm}^3$.

Lors de cette campagne expérimentale, la sollicitation mécanique est appliquée grâce à une machine commerciale Deben. Le déplacement des appuis de flexion est mesuré par un capteur LVDT. La machine est équipée d'une cellule de force de 300 N. Les dimensions caractéristiques entre les points d'appuis sont reportées dans la figure 2.23.b. L'entre-axe entre les appuis externes est de 23 mm. Les appuis centraux sont distants de 6 mm.

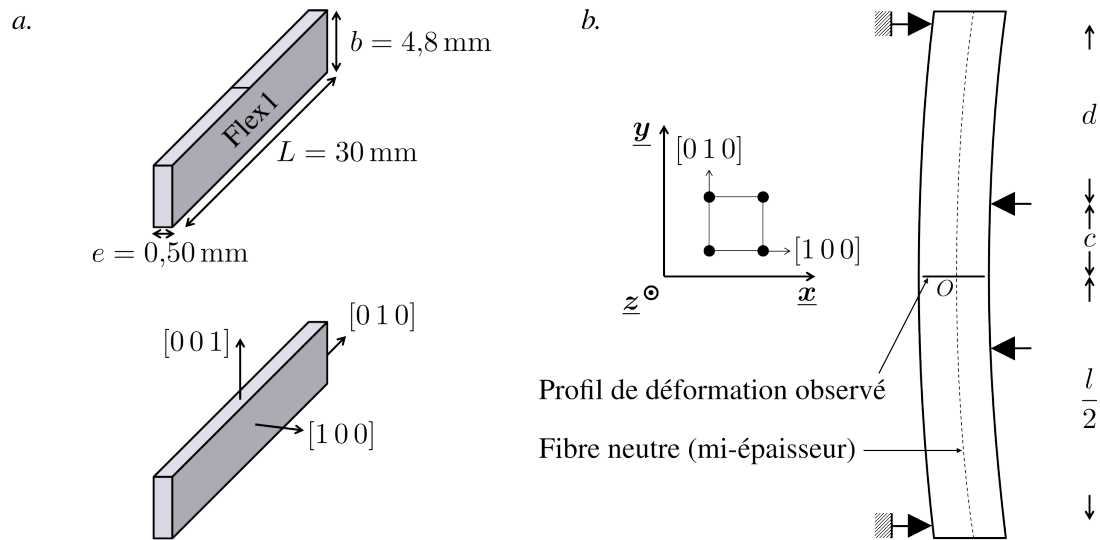


FIGURE 2.23 – *a.* Cotes et orientation de l'éprouvette monocristalline Flex1. *b.* Caractéristiques de l'essai de flexion quatre points mis en œuvre. Le cristal est sollicité dans les axes du cube. Les distances remarquables sont $d = 8,5 \text{ mm}$, $c = 3 \text{ mm}$ et $l = 2 \times (c + d) = 23 \text{ mm}$

Au centre de l'éprouvette, à l'endroit où le profil de déformation élastique est mesuré, l'éprouvette est constituée d'un unique sous-grain comme l'atteste la figure 2.24. Les sous-grains détectés dans le monocristal sont désorientés de moins d'un degré, ce qui les rend quasiment invisibles pour une technique EBSD standard. Aucune trace des étapes de préparation n'est observé en fin de préparation. La surface est plane, avec des défauts inférieurs à $1 \mu\text{m}$ comme en témoigne le profil topologique présenté en figure 2.24.b (cf. également la représentation 3D de la figure 2.22 dont est extrait ce profil topologique). Il est à noter que la surface de l'échantillon conserve une planéité similaire après l'essai mécanique.

La fibre neutre est supposée positionnée à mi-épaisseur de l'échantillon. C'est donc à mi-épaisseur que sont prélevées les figures de diffraction de référence pour les mesures relatives

Laue-DIC et HR-EBSD. La position des bords de la surface est détectée lorsque le signal dans les figures de diffraction disparaît de plus de la moitié de la surface du détecteur. L'ordre de grandeur de l'incertitude sur la position de la fibre neutre est d'environ $4\text{ }\mu\text{m}$.

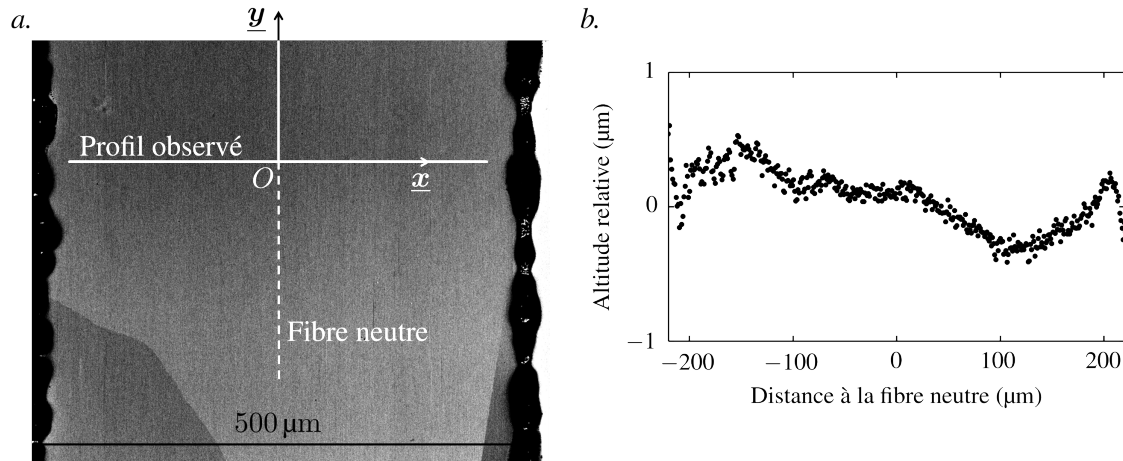


FIGURE 2.24 – Caractérisation de l'éprouvette Flex1 avant l'essai in-situ. *a.* Image MEB en contraste cristallin (électrons rétrodiffusés). À la position du profil observé en microdiffraction Laue, le matériau est constitué d'un unique sous-grain (contraste uniforme). *b.* Topographie du profil observé mesurée par profilométrie optique.

2.3.2 Acquisitions in-situ en microdiffraction Laue

L'essai in-situ a été réalisé sur la ligne CEA-CNRS BM32 à l'ESRF en février 2013, avec l'aide de O. Castelnau, J.-B. Marijon, J. Petit, O. Robach et F. Zhang. La machine de flexion est installée sur le dispositif de microdiffraction qui contrôle le positionnement de l'ensemble machine/échantillon. La configuration standard est utilisée : la machine de flexion est inclinée à 40° et le détecteur est placé verticalement au dessus de l'échantillon.

2.3.2.1 Procédure expérimentale

Le chargement de l'éprouvette est augmenté graduellement par le déplacement des appuis centraux de flexion à une vitesse de $0,2\text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$. Dans ces conditions, la vitesse de sollicitation maximale du cristal (au bord de l'échantillon) est de $1,7 \times 10^{-5}\text{ s}^{-1}$. Comme l'illustre la courbe force-déplacement de la figure 2.25, le chargement est interrompu régulièrement pour permettre une mesure du profil de déformation élastique par microdiffraction Laue.

Dans le domaine plastique, lorsque le chargement est arrêté, l'effort dans le montage diminue. La position des appuis de flexion étant fixe, on assiste donc à un processus de relaxation de l'échantillon. Les acquisitions en microdiffraction Laue ont lieu lorsque le niveau de force est stabilisé, soit au minimum 30 min après l'arrêt du chargement. Au total, neuf niveaux de chargement sont étudiés : quatre dans le domaine élastique, quatre dans le domaine plastique et un à l'état déchargé.

Les clichés de diffraction sont acquis avec le détecteur VHR (Photonic Science Ltd.) de la ligne BM32. Ce dernier possède une définition de 2774×2594 pixels. La taille d'un pixel est de

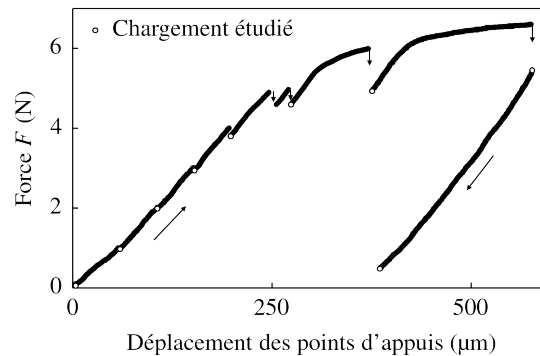


FIGURE 2.25 – Courbe force-déplacement de l'essai de flexion interrompu réalisé sur l'éprouvette Flex1. Les flèches verticales indiquent la perte de force liée à la relaxation du cristal dans le domaine plastique.

31 μm . L'acquisition d'une image (12 bits) prends environ 6 s. L'écran phosphorescent est placé à 60 mm du point source de la diffraction.

Le micro-faisceau de rayons X polychromatique (5–22 keV) est focalisé sur l'échantillon avec une section de $0,8 \times 0,6 \mu\text{m}^2$. Sa taille et sa position sont évaluées et éventuellement corrigées à chaque pas de chargement sur un échantillon standard constitué de micro-plots d'or. La stabilité dans le temps des caractéristiques du faisceau est assurée par la table anti-vibration qui atténue les perturbations extérieures. Le mouvement de l'échantillon sur la table est compensé par un ajustement manuel de contre-poids.

A chaque pas de chargement, 10 clichés de diffraction sont acquis sur un monocristal de germanium non-contraint positionné sur la machine de flexion à proximité de la zone d'analyse. Ces images sont utilisées pour calibrer la géométrie du dispositif de microdiffraction. On réalise ensuite la mesure du profil de déformations élastiques à l'aide d'un scan linéaire suivant l'axe x (cf. figures 2.23 et 2.24).

Le scan du profil comporte 300 points espacés de 2 μm . Sa taille est supérieure à l'épaisseur de l'échantillon. Cela permet de déterminer la position de l'éprouvette à partir des images de diffraction. Le repositionnement entre les pas de chargement est effectué à l'aide du microscope optique du dispositif de microdiffraction. En suivant le déplacement d'une poussière à la surface de l'échantillon, la position du profil dans la direction y est contrôlée avec une incertitude de l'ordre de 2 – 5 μm . Comme la zone observée est située au centre des appuis de flexion, son déplacement de corps rigide avec le chargement est une translation. On ne tient donc pas compte d'une éventuelle rotation du profil au cours de l'essai.

Deux scans similaires sont également effectués décalés de +100 μm et –100 μm dans la direction y par rapport au scan principal. Ces acquisitions secondaires permettent de valider la représentativité des mesures du scan principal.

2.3.2.2 Qualité et traitement des données

Un exemple de cliché de diffraction est présenté dans la figure 2.26. Le cliché est constitué de 16 à 18 pics dont l'intensité se répartit suivant une enveloppe gaussienne autour du maximum local. Cette forme de pics, associée à un réseau cristallin régulier, est un indice de la qualité du cristal et de la bonne préparation de la surface. On note que la forme des pics n'évolue pas significativement

avec les niveaux de déformation observés dans cette étude ($< 0,5\%$).

La calibration de la géométrie du modèle de diffraction, l'indexation des clichés ainsi qu'un traitement avec la méthode conventionnelle des données ont été réalisés avec le logiciel Laue-Tools (révision 1724) [38]. Une calibration préliminaire est réalisée sur chacune des dix images du monocristal de germanium. La valeur moyenne de chaque paramètre est ensuite calculée pour constituer la calibration finale du pas de chargement considéré.

L'indexation des clichés et le calcul des déformations sont réalisés à partir de la position des pics estimée en ajustant le profil local d'intensité avec une forme gaussienne. La procédure conventionnelle d'indexation et de raffinement fonctionne bien ici : les valeurs de "pixdev"² des résultats sont inférieures à 0,15 pixel. Cette valeur est à comparer à 0,19 pixel, le déplacement estimé pour notre configuration, au centre de la caméra pour une rotation angulaire du cristal de 10^{-4} rad.

A partir des clichés indexés et de la calibration du dispositif, les données ont été traitées par J. Petit avec la procédure Laue-DIC en utilisant des conditions identiques à celles publiées dans la référence [39].

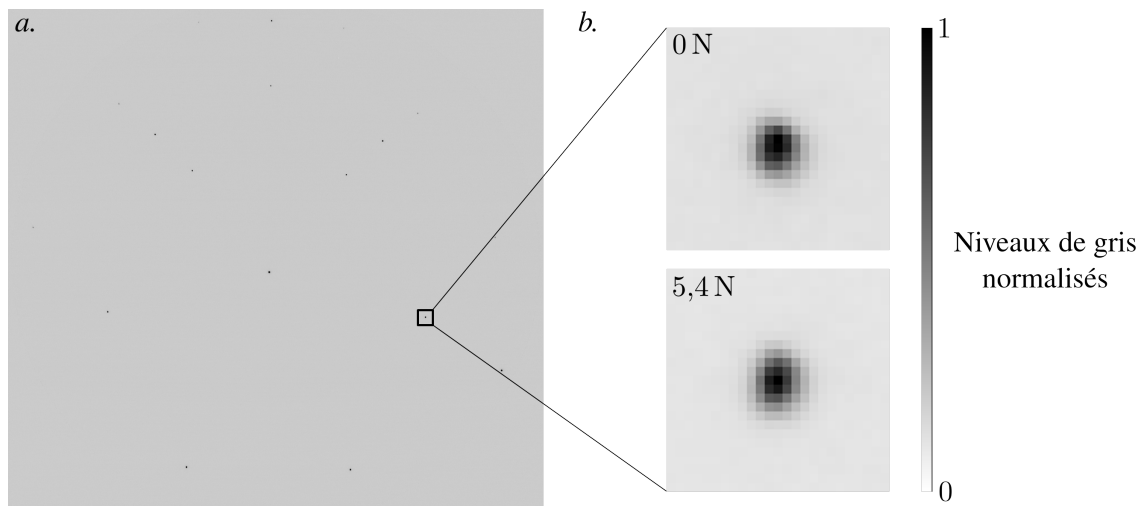


FIGURE 2.26 – Qualité des données Laue. *a.* Cliché de diffraction du profil acquis en $x = -220\mu\text{m}$ pour le chargement maximal de l'échantillon. *b.* Forme d'un pic de diffraction à l'état de chargement nul puis maximal (intensité normalisée sur la hauteur du pic).

2.3.3 Acquisition ex-situ en HR-EBSD

L'acquisition en HR-EBSD de l'état de déformation élastique résiduel sur l'éprouvette Flex1 a été réalisée en utilisant un porte-échantillon spécifique développé à Mines Saint-Étienne, dans un microscope dont la platine permet d'atteindre une configuration EBSD (tilt à 70°). Les paramètres de balayage ont été soigneusement ajustés de manière à pouvoir acquérir des données fiables sur un champ large de $500\mu\text{m}$.

2. Le "pixdev" est un paramètre qui mesure l'accord entre la position des pics expérimentale et la position théorique évaluée après le raffinement de l'état de déformation.

2.3.3.1 La problématique des acquisitions grand champ

Lors d'une première tentative, la mesure HR-EBSD a été réalisée sur un porte-échantillon pré-incliné permettant de palier le manque d'amplitude en tilt de la platine d'un microscope Helios NanoLab (FEI). La position de l'échantillon a été ajustée manuellement sur le plan incliné. On s'est servi de la rotation de la platine pour aligner l'ensemble porte-échantillon/échantillon dans le microscope en minimisant le déplacement vertical sur l'écran EBSD des diagrammes lors d'un scan horizontal sur l'échantillon. Les tendances mesurées au cours de cette acquisition étaient cohérentes avec les résultats de microdiffraction Laue. Cependant, des écarts de 5.10^{-4} étaient systématiquement présents loin du point de référence pour des valeurs attendues du même ordre de grandeur.

Ces artefacts de mesures s'expliquent par le contrôle insuffisant du positionnement de l'échantillon dans le microscope ainsi que par la taille de la cartographie réalisée ($500\text{ }\mu\text{m}$). Dans la pratique, la taille des cartographies HR-EBSD utilisée pour les mesures de déformation dépasse rarement $100\text{ }\mu\text{m}$. En effet, dans les conditions d'acquisition usuelles (échantillon fixé sur un support MEB conventionnel), la position de la surface de l'échantillon est maîtrisée avec une incertitude de l'ordre du degré. Or, cette incertitude est trop importante pour pouvoir corriger de manière adéquate, dans de grandes cartographies, le déplacement du centre de projection sur l'écran EBSD généré par le déplacement du faisceau sur l'échantillon. La procédure de correction de la position du point source avec le déplacement du faisceau s'effectue suivant un plan théorique fixé, qui contient généralement l'axe de tilt et qui est incliné de l'angle de tilt. Dans la réalité, la surface de l'échantillon est potentiellement désorientée par rapport à ce plan théorique. Il existe donc un écart entre la position théorique du point source et la position réelle sur la surface. Cet écart est à l'origine de déformations fantômes dans les mesures que l'on cherche à minimiser.

Considérons un modèle géométrique simplifié de l'acquisition EBSD : un axe de balayage du faisceau, l'axe de tilt et l'axe horizontal de l'écran sont confondus ; l'axe vertical de la caméra est parallèle au faisceau ; la surface théorique de l'échantillon est tiltée à 70° . Dans cette configuration, on considère maintenant l'influence d'un défaut de tilt δ_{tilt} suivi d'un défaut angulaire δ_α autour de l'axe perpendiculaire à l'axe de tilt et contenu dans la surface de l'échantillon. Prenons un point situé dans la cartographie théorique centrée sur le point de référence, de coordonnées $(x_{\text{map}}, y_{\text{map}})$. L'erreur commise sur la position du centre de projection actualisée depuis le point de référence est rapportée dans le tableau 2.7. Cette erreur est concentrée dans cette modélisation suivant PC_y , la verticale à l'écran phosphorescent.

	$\delta_{\text{tilt}} = \pm 1^\circ$	$\delta_\alpha = \pm 1^\circ$	$\delta_{\text{tilt}} = \pm 1^\circ, \delta_\alpha = \pm 1^\circ$
$x_{\text{map}} = y_{\text{map}} = -50\text{ }\mu\text{m}$	0,10 – 0,11	0,11	0,20 – 0,22
$x_{\text{map}} = y_{\text{map}} = -250\text{ }\mu\text{m}$	0,53 – 0,56	0,53	1,01 – 1,12

TABEAU 2.7 – Écart généré suivant PC_y en pixels ($1\text{ pixel} \sim 24\text{ }\mu\text{m}$) par un défaut d'alignement entre la surface réelle de l'échantillon et sa position supposée dans le modèle HR-EBSD. Ces valeurs sont à comparer avec la résolution de la mesure par corrélation d'images : $0,05\text{ pixel}$.

D'après l'ordre de grandeur des valeurs du tableau 2.7, on constate qu'on peut accepter un désalignement de 1° pour de petites cartographies. Cependant il est nécessaire de contrôler avec une incertitude très inférieure à 1° la position de l'échantillon pour des acquisitions de cartographies de taille supérieure.

La problématique du bon positionnement de l'échantillon en EBSD a été traitée en détail dans la référence [113]. Ce travail analyse l'ensemble des distorsions présentes dans les images de surfaces fortement tiltées. Dans le contexte de l'HR-EBSD, ces distorsions sont synonymes d'écarts entre la position de consigne dans la cartographie (balayage régulier selon une grille carrée) et la position réelle du faisceau sur l'échantillon. Ces distorsions génèrent donc des erreurs dans le modèle HR-EBSD puisque la correction de la position du centre de projection est réalisée sur la position de consigne et non sur la position réelle.

On tire de ce travail les enseignements suivants :

- Il est nécessaire pour obtenir une image avec un minimum de distorsions que la surface de l'échantillon contienne l'axe de tilt. En pratique, cette condition est vérifiée si la surface de l'éprouvette est parallèle au plan de la platine du microscope. Dans ce cas, on peut également aligner une direction caractéristique de la surface avec l'axe de tilt, donc avec les axes de l'image, en utilisant la rotation de la platine.
- Un échantillon avec une structure régulière (grille) est utile pour ajuster précisément les paramètres d'imagerie (scan rotation et tilt correction).
- Il est possible de vérifier la présence de distorsions en comparant deux images de la même zone avant et après une rotation d'angle connu (e.g. 180°) autour de l'axe de rotation de la platine.

Afin de contrôler le positionnement de l'échantillon et de pouvoir ajuster les paramètres d'imagerie en tenant compte des recommandations précédentes, un porte-échantillon dédié aux acquisitions HR-EBSD a été développé par C. Maurice. Il est décrit dans la partie suivante.

2.3.3.2 Le porte-échantillon HR-EBSD et la procédure d'alignement associée

Le porte-échantillon HR-EBSD utilisé pour réaliser les mesures sur nos échantillons de flexion est présenté dans la figure 2.27. Ce porte-échantillon possède un plan de référence contre lequel sont plaquées les surfaces de deux échantillons standards et de l'éprouvette de flexion. Ce plan de référence est, par construction du porte-échantillon, parallèle au plan de la platine du microscope sur lequel il s'adapte.

La grille de silicium, placée sur l'axe de rotation de la platine, permet d'ajuster : l'alignement des bobines de balayage (*scan rot*) ; la correction du tilt dans l'image (*tilt correction*) et la défo- calisation automatique permettant de tenir compte du changement de distance de travail avec la position sur la surface (*dynamic focus*).

Les réglages sont réalisés en position tiltée avec la caméra EBSD insérée à la distance de travail et de préférence au grandissement utilisé pour l'acquisition. Pour l'alignement des bobines de balayage, on suit un point de la grille placé au centre de l'image lorsque la platine se déplace suivant l'axe de tilt. On ajuste alors le *scan rot* de manière à ce que le point se déplace horizontalement dans l'image. La direction horizontale de l'image est maintenant confondue avec l'axe de tilt. Les axes de la grille sont ensuite alignés avec les axes de l'image. On ajuste de plus le *dynamic focus* et le *tilt correction* de manière à ce que l'image obtenue soit nette en tout point et que les carrés de la grille aient la même taille au centre, en haut et en bas de l'image. La valeur du *tilt correction* après ce réglage est assimilée à la valeur réelle de l'angle de tilt de l'échantillon.

La validation de la préparation du système d'imagerie s'effectue suivant la procédure proposée dans la référence [113]. Il faut comparer une image de la même zone avant et après une rotation de 180° de la platine. Si les deux images sont semblables, alors le réglage est juste. Certains artefacts subsistent cependant quelle que soit la qualité du réglage utilisateur :

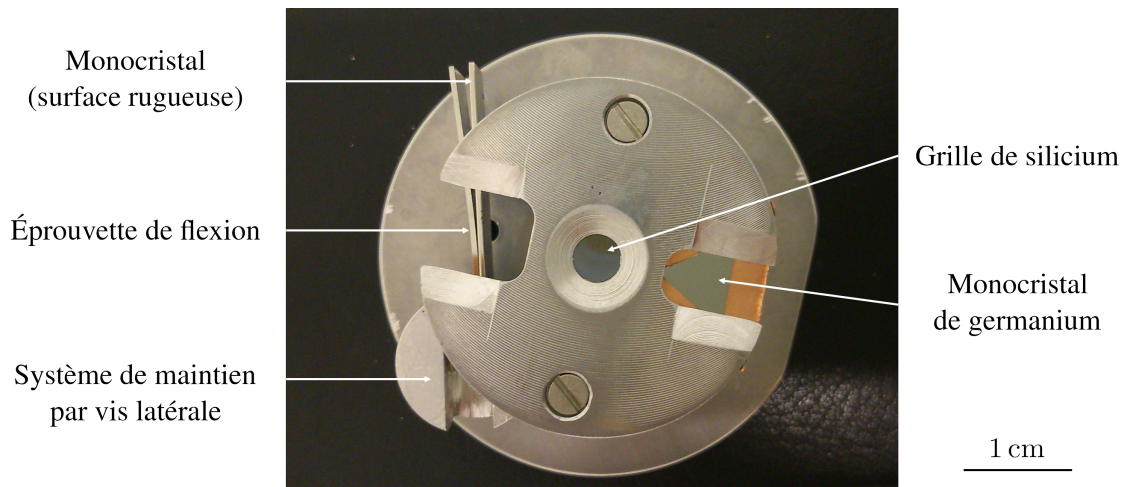


FIGURE 2.27 – Porte-échantillon HR-EBSD conçu pour pouvoir disposer plusieurs échantillons dans un même plan parallèle à la platine du microscope. Les surfaces observées sont maintenues au contact du plan du porte-échantillon en face arrière ou latérale. La grille de silicium, placée sur l'axe de rotation de la platine, permet de calibrer les conditions d'imagerie.

- les artefacts liés au microscope (défaut de perpendicularité des axes de balayage, rotation des axes de balayage avec la distance de travail sur la surface)
- les artefacts liés à l'inclinaison de la surface (distorsion trapézoïdale).

Comme la grille est constituée d'un monocrystal de silicium dont l'orientation est connue, on peut maintenant calibrer la position de la caméra EBSD. Un cliché de diffraction est acquis et l'orientation de la caméra est raffinée de manière à ce que l'orientation mesurée soit identique à l'orientation réelle.

Le monocrystal de germanium est un échantillon standard plan et libre de contraintes résiduelles. Il est utilisé pour valider et perfectionner le porte-échantillon mais n'a pas été mis en œuvre dans cette étude. Il permet de réaliser une cartographie HR-EBSD dans laquelle les déformations attendues sont nulles. Ce type d'acquisition permet de détecter ainsi les éventuelles déformations fantômes liées à un défaut du porte-échantillon ou un mauvais réglage du microscope.

2.3.3.3 Déroulement des acquisitions et traitement des données

Un MEB Zeiss Supra 55VP est utilisé à l'École des mines de Saint-Étienne pour réaliser les mesures. L'échantillon Flex1 est monté sur le porte-échantillon HR-EBSD (cf. figure 2.27). Un monocrystal de même orientation dont la surface a été rayée avec un papier SiC 1000 est également placé à proximité. La surface rugueuse sert à obtenir le bruit de fond des clichés de diffraction.

Le microscope est calibré suivant la procédure décrite précédemment. On utilise une tension d'accélération de 20 keV, un courant de sonde d'environ 2,4 nA et une distance de travail de 18,1 mm. Le système EBSD est composé d'une caméra NordlysII (1344×1024 pixels) connecté au logiciel d'acquisition Channel5. Les figures de diffraction sont acquises avec la définition maximale, en moyennant sur trois images obtenues successivement. Ces images sont soustraites du bruit de fond enregistré sur la surface rayée du monocrystal auxiliaire.

Le jeu de données collecté durant cette acquisition comprend un scan linéaire et deux cartographies. Le scan linéaire rend compte du profil de déformations élastiques résiduelles. Il est réalisé au même endroit sur l'échantillon que lors des acquisitions de microdiffraction Laue, avec une incertitude sur le positionnement de $\pm 5 \mu\text{m}$. Le profil est long de $500 \mu\text{m}$, avec un pas de mesure de $0,1 \mu\text{m}$. Les cartographies sont réalisées autour du profil, de part et d'autre de la fibre neutre avec un pas de $0,3 \mu\text{m}$.

Un exemple de cliché de Kikuchi est présenté dans la figure 2.28. Les données sont traitées avec le logiciel StrainCorrelator version 2.4.7 [144]. On utilise 25 imagerie de 256 pixels de côté (cf. figure 2.28). Un traitement standard des clichés est mis en œuvre, sans utilisation de la procédure de pré-rotation du cliché (remapping) car la désorientation dans le monocristal est très inférieure à 1° .

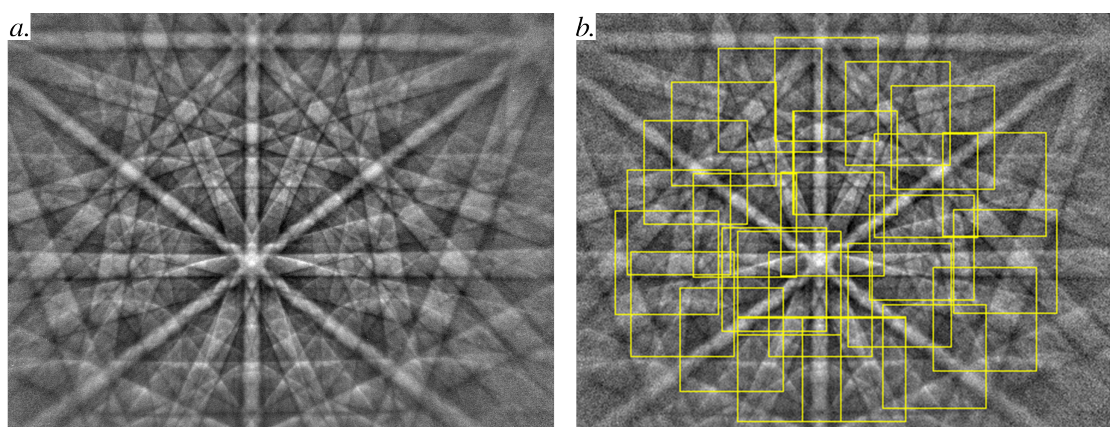


FIGURE 2.28 – *a.* Cliché de Kikuchi obtenu sur l'éprouvette de flexion Flex1. *b.* Répartition des imagerie utilisées pour le traitement HR-EBSD.

Bilan

Un profil de contraintes résiduelles a été créé dans l'échantillon monocristallin Flex1, de manière contrôlée lors d'un essai de flexion in-situ en microdiffraction Laue. L'état de déformations élastiques résiduelles associé est mesuré par Laue-DIC et HR-EBSD. Les résultats de ces mesures sont présentés et discutés au chapitre 3.

Le travail expérimental réalisé pour acquérir des données de qualité s'est concentré sur la préparation du monocristal puis la réalisation de l'essai in-situ d'une part. D'autre part, une nouvelle procédure de mesure en HR-EBSD a été utilisée permettant d'obtenir les déformations élastiques en balayage faisceau sur de grandes cartographies ($500 \mu\text{m}$). Cette procédure innovante est basée sur le développement d'un porte-échantillon spécifique.

2.4 Déroulement de l'essai in-situ avec couplage des champs

L'essai présenté dans cette section a été conçu pour déterminer expérimentalement le comportement mécanique local, à l'échelle du micron, d'un échantillon cristallin. La détermination de ce comportement local est basée sur la mesure simultanée des champs de déformation élastique et

totale à la surface du matériau lors d'un essai in-situ. L'exploitation des résultats de cette étude est présentée au chapitre 4.

Un monocristal est sollicité en flexion quatre points. Le chargement mécanique est interrompu régulièrement. À chaque pas de chargement, le champ de déformation élastique est mesuré par microdiffraction Laue. Le champ de déformation totale est également obtenu simultanément par corrélation d'images numériques à partir d'observations par microscopie optique.

L'éprouvette de flexion, préparée pour les acquisitions de microdiffraction Laue, est présentée dans une première partie. La technique de dépôt de mouchetis développée afin de préparer sa surface pour les observations par microscopie optique est exposée ensuite. Enfin le déroulement de l'essai in-situ est décrit, ainsi que la manière de traiter les données de diffraction et de corrélation d'images.

2.4.1 Caractéristiques de l'éprouvette Flex2 et de la machine de flexion associée

L'éprouvette utilisée pour cette étude, nommée Flex2, a été découpée dans le monocristal suivant le schéma présenté dans l'annexe B. Ses arêtes sont alignées avec les axes de la maille cristalline comme l'illustre la figure 2.29. Le défaut d'orientation entre le repère du cristal et le repère de l'éprouvette est inférieur à 3° d'après les mesures ultérieures en microdiffraction Laue. Après préparation (cf. section 2.2), les cotes de l'éprouvette sont $0,46 \times 4,3 \times 30 \text{ mm}^3$.

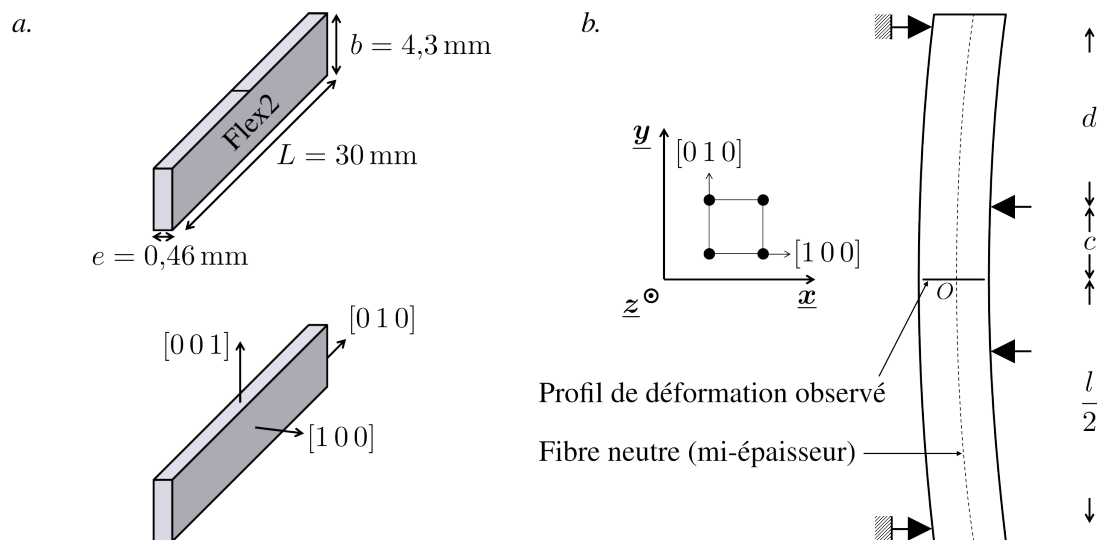


FIGURE 2.29 – *a.* Cotes et orientation de l'éprouvette monocristalline Flex2. *b.* Caractéristiques de l'essai de flexion quatre points mis en œuvre. Le cristal est sollicité dans les axes du cube. Les distances remarquables sont $d = 9 \text{ mm}$, $c = 4,5 \text{ mm}$ et $l = 2 \times (c + d) = 27 \text{ mm}$

La qualité de la préparation de l'éprouvette Flex2 a été validée sur une zone située à proximité de la zone de mesure ($\sim 500 \mu\text{m}$ dans la direction y). La zone de mesure a en effet été choisie ultérieurement d'après la qualité du mouchetis déposé pour la corrélation d'images. Bien que les éléments microstructuraux (sous-joints) soient différents, on suppose que l'état de la surface ne varie pas significativement entre les deux zones. Aucune trace provenant du polissage n'est observé en fin de préparation. La surface est plane, avec des défauts inférieurs à $1 \mu\text{m}$ comme en témoigne la figure 2.30. D'après les observations en microdiffraction Laue à l'état initial et

les observations MEB après essai, on sait que le cristal dans la zone de mesure est constitué de plusieurs sous-grains dont la désorientation maximale est de $0,6^\circ$.

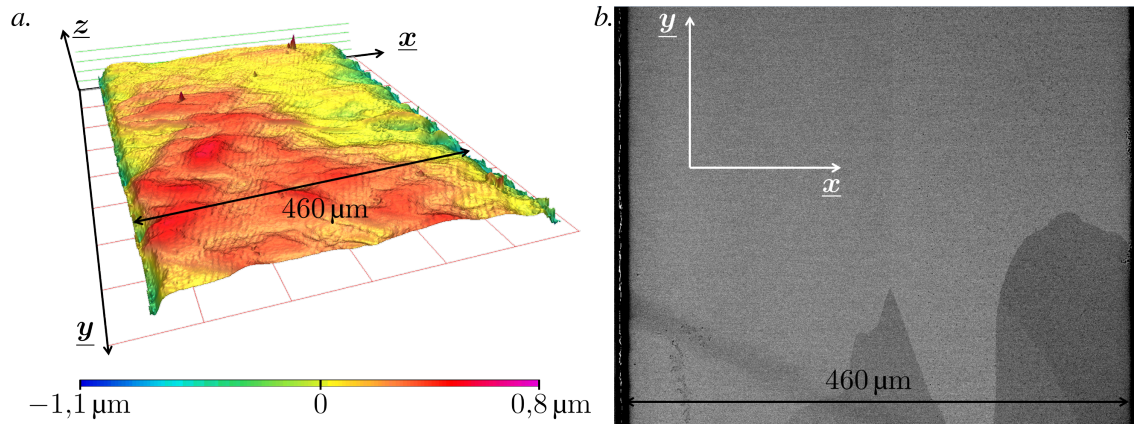


FIGURE 2.30 – Caractérisation de l'éprouvette Flex2 avant l'essai in-situ dans une zone située à proximité de la zone de mesure. *a.* Topographie de la surface observée mesurée par profilométrie optique. *b.* Image MEB en contraste cristallin (électrons rétrodiffusés).

Dans cet essai, les déformations élastiques sont mesurées de façon absolue. La fibre neutre est observée à mi-épaisseur de l'échantillon, en tenant compte de l'incertitude sur la position des bords de l'éprouvette (environ $4\text{ }\mu\text{m}$). Dans les graphiques du chapitre 4, l'indication fibre neutre fait référence au milieu de l'échantillon et n'a pas d'influence sur les mesures. La position des bords de la surface est détectée lorsque le signal dans les figures de diffraction disparaît de plus de la moitié de la surface du détecteur.

Lors de cette campagne expérimentale, la sollicitation mécanique est appliquée avec le premier prototype de la machine de flexion développé dans l'ANR Microstress (cf. section 2.2.2). Les appuis de flexion de la machine sont régulièrement espacés de 9 mm comme rappelé dans la figure 2.29. Ce premier prototype ne possède pas encore de capteur de déplacement. Le capteur de force utilisé a une capacité de 20 N . Les valeurs de force mesurées sont seulement affichées sur le boîtier de contrôle du capteur (on ne dispose pas encore d'un système d'acquisition informatisé).

2.4.2 Dépôts de mouchetis pour la corrélation d'images

Dans cet essai, on souhaite observer la surface de l'échantillon par microscopie optique et utiliser les données pour faire de la corrélation d'images. Une fois préparée pour la microdiffraction Laue, la surface de l'échantillon est polie miroir. Observée en microscopie optique, la surface ne présente aucun contraste naturel. Il est donc nécessaire d'y déposer un mouchetis afin de créer un contraste artificiel.

Le mouchetis que l'on souhaite créer doit répondre aux exigences suivantes : (i) il ne doit pas perturber la mesure en microdiffraction Laue et (ii) il doit être suffisamment fin pour permettre d'évaluer le champ de déformation avec une résolution spatiale suffisante, dans un champ large de $460\text{ }\mu\text{m}$. Deux techniques standards de dépôt ont été explorées : la micro-lithographie, utilisée pour déposer des mouchetis destinés à l'observation MEB, et le dépôt de peinture noire, mis en œuvre sur des éprouvettes de traction macroscopiques.

La micro-lithographie a l'avantage de créer un mouchetis fin avec une forme contrôlée. Elle

est cependant difficile à mettre en œuvre sur une surface étroite et certaines étapes peuvent compromettre l'intégrité de l'échantillon (i.e. la rotation rapide de l'éprouvette lors des étapes de dépôt de résine). De plus, les images obtenues lors de nos tentatives n'étaient pas adaptées par manque de contraste ou à cause de reflets brillants. Même s'il paraît envisageable d'obtenir un contraste adapté en augmentant la hauteur ou le type de métal dans la couche déposée (20 nm d'or dans notre cas), cette technique n'a pas été retenue.

Le dépôt de peinture noire crée facilement un contraste prononcé avec la surface polie. La difficulté réside ici en l'obtention d'un mouchetis suffisamment fin. Notre meilleur résultat est présenté dans la figure 2.31. Il a été obtenu en déplaçant rapidement la surface de l'échantillon dans le haut d'un nuage de peinture créé par une bombe aérosol dans un espace clos. Des résultats similaires sont obtenus en utilisant un aérographe, en combinaison ou non d'un flux d'air secondaire (sèche-cheveux). Les défauts principaux de ce mouchetis sont la grande taille des tâches de peinture et la difficulté à obtenir une densité de contraste sombre contrôlée. Cette technique a donc été écartée.

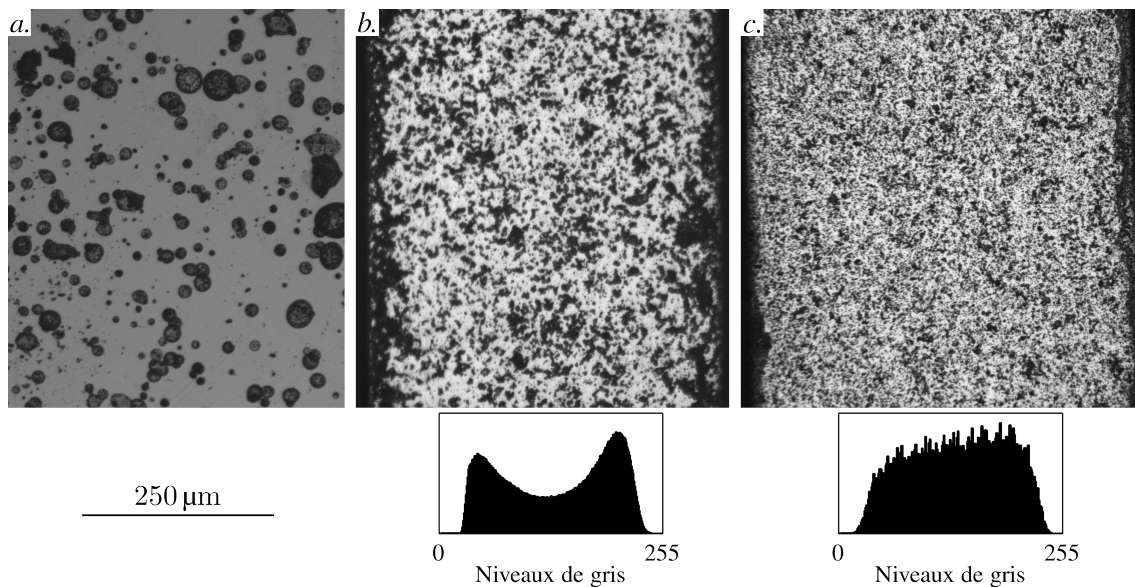


FIGURE 2.31 – Qualité de mouchetis déposés pour créer un contraste artificiel dans les images en microscopie optique destinées à la corrélation d'images. *a.* Résultat obtenu en projetant de la peinture noire. *b.* Dépôt de particules de bisulfure de molybdène (MoS_2) micrométriques sur l'éprouvette Flex2. *c.* Dépôt de particules MoS_2 sub-micrométriques sur une éprouvette similaire.

Une façon originale de déposer le mouchetis a finalement été employée. Elle consiste simplement à déposer des particules de bisulfure de molybdène sur la surface polie de l'échantillon. Le bisulfure de molybdène (MoS_2) s'achète sous forme de poudre de taille micrométrique. Sous cette forme, il est normalement utilisé comme lubrifiant à sec. Les particules, de couleur noire, possèdent une très bonne adhérence aux surfaces métalliques et sont donc un candidat idéal pour la réalisation de mouchetis à l'échelle micrométrique.

La poudre utilisée pour le mouchetis de l'éprouvette Flex2 est le produit MOLYKOTE Z. Cette poudre contient des particules de $3 - 4 \mu\text{m}$ et a été déposée sur l'échantillon à l'aide d'une goutte d'acétone. L'image du mouchetis obtenue en microscopie optique est présentée dans la

figure 2.31. La taille moyenne des domaines sombres est un ordre de grandeur inférieure à la largeur de l'éprouvette. Les niveaux de gris sont étalés dans l'histogramme. Il sera donc possible de réaliser de la corrélation d'images sur le champ observé. Le mouchetis déposé est robuste : il ne part pas lorsque l'éprouvette est passée sous l'eau du robinet. Un bain ultrason est cependant une méthode efficace si on souhaite l'enlever.

En utilisant une poudre plus fine (i.e. MOLYKOTE Microsize), il est possible de réaliser des mouchetis plus fins. La figure 2.31.c présente le mouchetis réalisé sur un échantillon similaire à Flex2 dans une expérience ultérieure, non présentée dans ce manuscrit. Dans ce cas, la poudre est simplement déposée sur la surface puis l'excédent est dispersé par un jet d'air comprimé. La qualité et la robustesse du mouchetis sont excellentes. Cette technique de dépôt, plus simple, est à préférer au dépôt dans une goutte d'acétone, moins reproductible.

La taille des particules de MoS_2 déposées étant micrométrique, ces dernières contribuent peu à la figure de diffraction (cf. section 2.4.3.2). Généralement cette contribution est limitée à la présence de quelques pics de diffraction de faible intensité. Néanmoins, une figure de diffraction complète provenant des plus gros amas vient parfois se superposer au signal de l'échantillon. La présence de pics supplémentaires ou la superposition de deux figures sont des événements que la procédure de microdiffraction conventionnelle sait traiter. Les pics de diffraction dont la position n'est pas en accord avec l'orientation du cristal de l'échantillon sont simplement éliminés de la procédure. Le mouchetis ne semble pas détérioré par le passage du faisceau de rayons X.

2.4.3 Déroulement des acquisitions in-situ

L'essai in-situ a été réalisé sur la ligne CEA-CNRS BM32 à l'ESRF en décembre 2013 (session HC/913), avec l'aide de O. Castelnau, J.-B. Marijon, C. Maurice, J. Petit et O. Robach. Pour cette expérience un microscope optique dédié à la corrélation d'image est installé à proximité du dispositif de microdiffraction. La machine de flexion Microstress, grâce à son système de fixation par queue d'aronde, permet de déplacer facilement l'éprouvette chargée entre le poste de microscopie optique et celui de microdiffraction Laue. La configuration standard pour les acquisitions Laue est utilisée : la machine de flexion est inclinée à 40° et le détecteur placé verticalement au dessus de l'échantillon. Le microscope optique, optimisé pour la corrélation d'images, possède une grande distance focale et de très faibles distorsions d'images.

2.4.3.1 Procédure expérimentale

Le chargement de l'éprouvette est augmenté graduellement par le déplacement des appuis centraux de flexion à une vitesse inférieure à $0,5 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$. Dans ces conditions la vitesse de sollicitation maximale du cristal (au bord de l'échantillon) est de $2,8 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Le chargement est interrompu régulièrement pour permettre une mesure du profil de déformation élastique par microdiffraction Laue et de déformation totale par corrélation d'images.

Lorsque le chargement est arrêté, l'effort dans le montage diminue comme l'illustre la figure 2.32. Comme la position des appuis de flexion est supposée fixe, on assiste au processus de relaxation de l'échantillon déjà observé sur l'éprouvette Flex1 dans une machine de flexion différente. Ici, la perte de charge dans le domaine élastique est attribuée à des imperfections dans la chaîne mécanique du prototype de la machine de flexion Microstress utilisé. Les acquisitions en microdiffraction Laue et la prise d'images en microscopie optique ont lieu lorsque le niveau de force est stabilisé, soit au minimum 30 min après l'arrêt du chargement. En tout, sept niveaux de

chargement sont étudiés : trois dans le domaine élastique et quatre dans le domaine plastique. Au dernier pas de chargement l'acquisition en microdiffraction Laue n'a pas été réalisée.

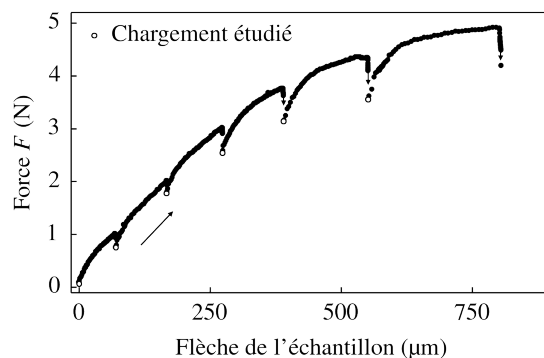


FIGURE 2.32 – Courbe force-flèche (déplacement du centre de l'éprouvette) de l'essai de flexion interrompu réalisé sur l'éprouvette Flex2. Les flèches verticales dans le domaine plastique indiquent la perte de force liée à la relaxation du cristal.

Un pas de chargement se déroule de la manière suivante. La machine de flexion est positionnée sous le microscope optique. Puis, une image en haute définition du mouchetis est acquise. Durant le chargement proprement dit, deux séries d'images sont réalisées avec la même fréquence : des images en microcopie optique permettant de mesurer le déplacement de corps rigide du centre de l'échantillon (flèche) et des images de l'afficheur 7 segments sur lequel on visualise le niveau de force. Le moteur de la machine est arrêté par l'utilisateur lorsque la force atteint la valeur cible. Cette démarche permet de palier l'absence de capteur de déplacement sur le prototype. Elle permet également de posséder un enregistrement de l'évolution de la force alors que le capteur n'est pas relié à un système informatisé. Lorsque le niveau de force semble stabilisé, une nouvelle image optique est acquise puis la machine est installée sur le dispositif de microdiffraction Laue. Le profil de déformation élastique dans l'épaisseur de l'échantillon est alors mesuré. La machine alterne donc entre les deux postes d'observation présentés à la figure 2.33.

Le microscope optique, prêté par le laboratoire de mécanique des solides de l'École polytechnique, permet d'observer un champ de $740 \times 620 \mu\text{m}^2$. Il est équipé d'un objectif Mitutoyo à grande distance focale et à faibles distorsions de lentille. Une lame semi-transparente permet un éclairage dans l'axe optique du microscope. Les images acquises (8 bits) présentent une définition de 2452×2054 pixels. La taille effective d'un pixel est évaluée à $0,303 \mu\text{m}$.

Les clichés de diffraction sont acquis avec le détecteur MAR165 CCD de la ligne BM32. Les images acquises possèdent 2048×2048 pixels. La taille des pixels est de $80,6 \mu\text{m}$. L'acquisition d'une image (16 bits) prend environ 6 s. L'écran phosphorescent est placé à 62 mm du point source de la diffraction.

Le micro-faisceau de rayons X polychromatique (5–22 keV) est focalisé sur l'échantillon avec une section de $0,5 \times 0,3 \mu\text{m}^2$. Sa taille et sa position sont évaluées et éventuellement corrigées à chaque pas de chargement sur un échantillon standard constitué de micro-plots d'or. La stabilité dans le temps des caractéristiques du faisceau est assurée par la table anti-vibration qui atténue la majorité des perturbations extérieures. Le mouvement de l'échantillon sur la table est compensé par un ajustement automatique de contre-poids.

À chaque pas de chargement, 10 clichés de diffraction sont acquis sur un monocristal de germanium non-contraint positionné sur la machine de flexion à proximité de la zone d'analyse. Ces

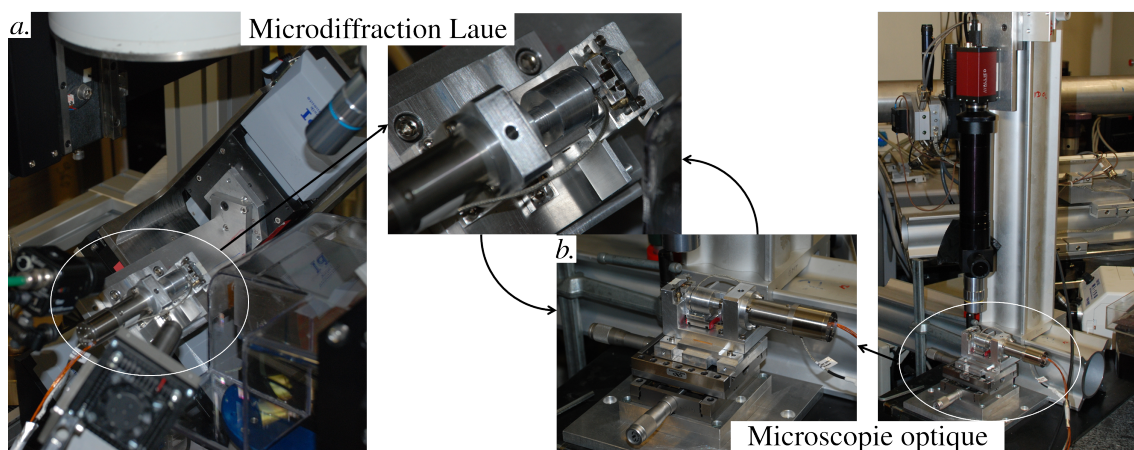


FIGURE 2.33 – L'éprouvette Flex2, dans le prototype de la machine de flexion Microstress, est positionnée alternativement dans le dispositif de microdiffraction Laue puis sous le microscope optique, à chaque pas de chargement.

images sont utilisées pour calibrer la géométrie du dispositif de microdiffraction. On réalise ensuite la mesure du profil de déformation élastique à l'aide de trois scans linéaires suivant l'axe \underline{x} (cf. figure 2.29). Ces trois scans sont décalés de $100\text{ }\mu\text{m}$ dans la direction \underline{y} .

Chaque scan comporte 300 points espacés de $2\text{ }\mu\text{m}$. Leur taille est supérieure à l'épaisseur de l'échantillon. Cela permet de déterminer la position de l'éprouvette à partir des images de diffraction. Le repositionnement entre les pas de chargement est effectué à l'aide du microscope optique du dispositif de microdiffraction. En suivant le déplacement d'une particule du mouchetis, la position du profil dans la direction \underline{y} est contrôlée avec une incertitude de l'ordre de 2 à $5\text{ }\mu\text{m}$. Comme la zone observée est située au centre des appuis de flexion, son déplacement de corps rigide avec le chargement correspond à une translation. On ne tient donc pas compte d'une éventuelle rotation du profil au cours de l'essai.

2.4.3.2 Qualité et traitement des données Laue

Une figure de diffraction représentative de la majorité des données est présentée dans la figure 2.34.a. La figure de diffraction principale, très intense et provenant de l'échantillon, est constituée de 31 à 33 pics. Plusieurs pics n'appartenant pas à cette figure sont également détectés et attribués à la diffraction des particules de MoS_2 du mouchetis. En outre, la figure principale est doublée d'une ou plusieurs figures secondaires. Les pics de cette figure secondaire apparaissent comme des satellites autour des pics principaux. Ce phénomène a lieu lorsque le faisceau pénètre plusieurs sous-grains faiblement désorientés, présents en nombre dans l'échantillon Flex2. Dans quelques cas exceptionnels, un amas de particule MoS_2 contribue fortement au cliché de diffraction (cf. figure 2.34.d.). Même dans ce cas défavorable, la figure principale reste clairement identifiable.

L'intensité se répartit généralement suivant une enveloppe gaussienne autour du maximum local des pics principaux. Cette forme associée à un réseau cristallin régulier, est un indice de la qualité du cristal et de la bonne préparation de la surface. La forme des pics n'évolue pas significativement avec les niveaux de déformation observés dans cette étude ($< 0,3\%$). L'apparition dans le pied de certains pics de formes allongées préfigure cependant le développement de gradients de

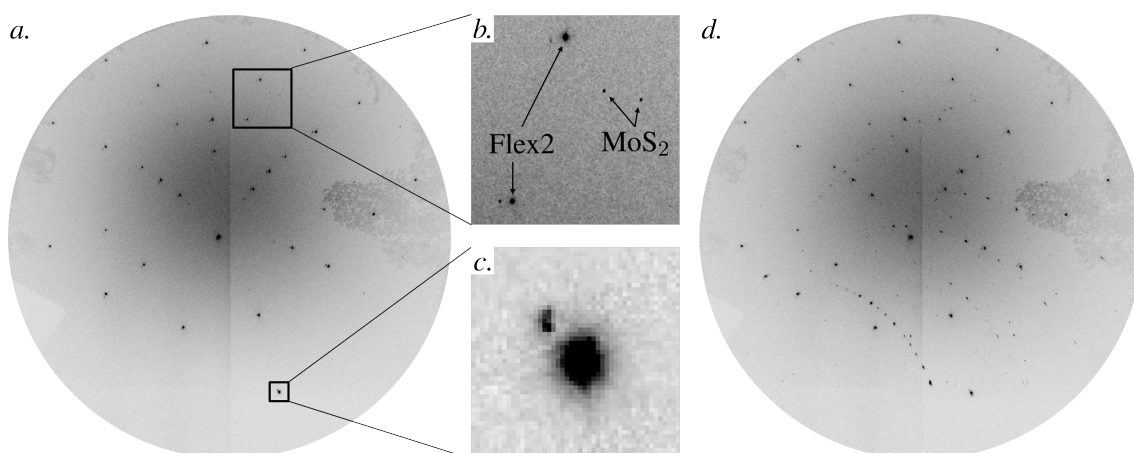


FIGURE 2.34 – Figures de diffraction Laue obtenues sur l'échantillon Flex2 en présence du mouchetis de MoS₂. *a.* Figure caractéristique de la majorité des données avec : des pics de diffraction parasites attribués aux particules de MoS₂ (*b.*) et la présence de pics satellites provenant de la microstructure de sous-grains (*c.*). *d.* Figure avec une contribution importante des amas épais de MoS₂.

rotation.

Le traitement des données a été réalisé avec le logiciel LaueTools (révision 1724) [38]. Pour chaque pas de chargement, une calibration préliminaire est réalisée sur chacune des dix images du monocristal de germanium. La valeur moyenne de chaque paramètre est ensuite calculée pour constituer la calibration finale du pas de chargement considéré.

L'indexation des clichés permet de sélectionner les pics appartenant à la figure principale et d'exclure les autres. Le calcul des déformations est réalisé à partir des pics restants dont la position est estimée en ajustant le profil local d'intensité selon une forme gaussienne. On suppose que les pics satellites, intégrés dans la procédure de fit ne perturbent pas fortement la position du pic principal. En général, leur intensité est d'un ordre de grandeur inférieur à celui du pic principal.

La procédure conventionnelle d'indexation et de raffinement fonctionne bien puisque les valeurs de "pixdev"³ des résultats sont globalement inférieures à 0,18 pixel. Cette valeur est à comparer à 0,19 pixel, la valeur obtenue sur le monocristal de germanium utilisé pour la calibration.

2.4.3.3 Qualité et traitement des données pour la corrélation d'images

Les paramètres utilisés pour la mesure du champ par corrélation d'images sont illustrés dans la figure 2.35. Les images du mouchetis sont traitées avec le logiciel commercial VIC_2D. L'image est discrétisée en imagerie carrées de 100 pixels de côté espacées de 50 pixels, soit une base de mesure d'environ 15 µm. Elle est interpolée par un champ de splines d'ordre 8. Le déplacement des imagerie est déterminé en considérant une transformation qui autorise le changement de forme de l'imagerie (i.e. au moins une transformation homogène), en minimisant un coefficient de corrélation normalisé. Le champ de déformation de Green-Lagrange est ensuite calculé suivant une procédure non divulguée puis lissé par un filtre gaussien d'une largeur totale de 5 imagerie.

3. Le "pixdev" est un paramètre qui mesure l'accord entre la position des pics expérimentale et la position théorique évaluée après le raffinement de l'état de déformation.

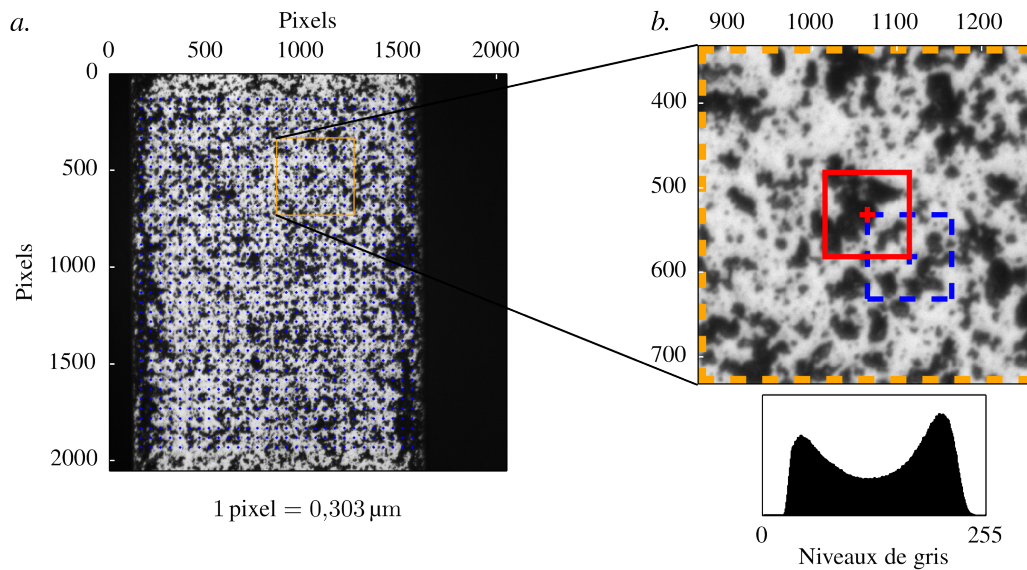


FIGURE 2.35 – Paramètres de la mesure du champ de déformation totale par corrélation d’images. *a.* Image du mouchetis avec la position du centre des imageries utilisées. *b.* Taille et disposition des imageries, histogramme caractéristique de l’image optique.

2.4.3.4 Reconstruction du comportement macroscopique de l’essai

Dans cet essai, le prototype de la machine de flexion Microstress a été mis en œuvre. Ce prototype n’est pas encore équipé d’un capteur de déplacement et le capteur de force n’est pas informatisé. On souhaite cependant obtenir une mesure des grandeurs mécaniques macroscopiques caractéristiques de l’essai, comme le déplacement des points d’appui de flexion ou le niveau de force.

Pour chaque pas de chargement, on dispose de deux séries d’images acquises avec la même fréquence (1 Hz). Les images de l’afficheur 7 segments du capteur de force et des images optiques du centre de l’échantillon. Comme l’illustre la figure 2.36, il est possible de reconstruire une courbe force-flèche pour l’essai. Les valeurs de force sont relevées manuellement à partir des images de l’afficheur sept segments. Le déplacement du centre de l’éprouvette (flèche) est estimé en calculant le déplacement de corps rigide par corrélation d’images. Ce calcul a été réalisé à l’aide d’une routine interne à EDF, dérivée du code *KelKins*. Les deux séries de valeurs sont synchronisées sur la première variation de force et de déplacement détectée dans chaque pas de chargement. On fait l’hypothèse que le déplacement des points d’appui ne varie pas entre deux pas de chargement, lorsque le moteur est arrêté.

Afin de pouvoir simuler l’expérience, il est nécessaire de connaître également le déplacement des points d’appui au cours de l’essai. Une mesure indirecte de ce déplacement est obtenue grâce au dispositif de microdiffraction Laue. En effet, à chaque pas de chargement, les caractéristiques du faisceau sont vérifiées à un endroit spécifique situé entre les deux appuis mobiles de flexion. Lors de la vérification, cette position est enregistrée. De la même manière, on dispose d’une estimation du déplacement de la zone de mesure sur l’échantillon, c’est-à-dire de la flèche.

Comme le montre le tableau 2.8, le déplacement de la flèche estimée à partir de l’enregistrement du dispositif de microdiffraction Laue est en accord avec celui issu des mesures du déplace-

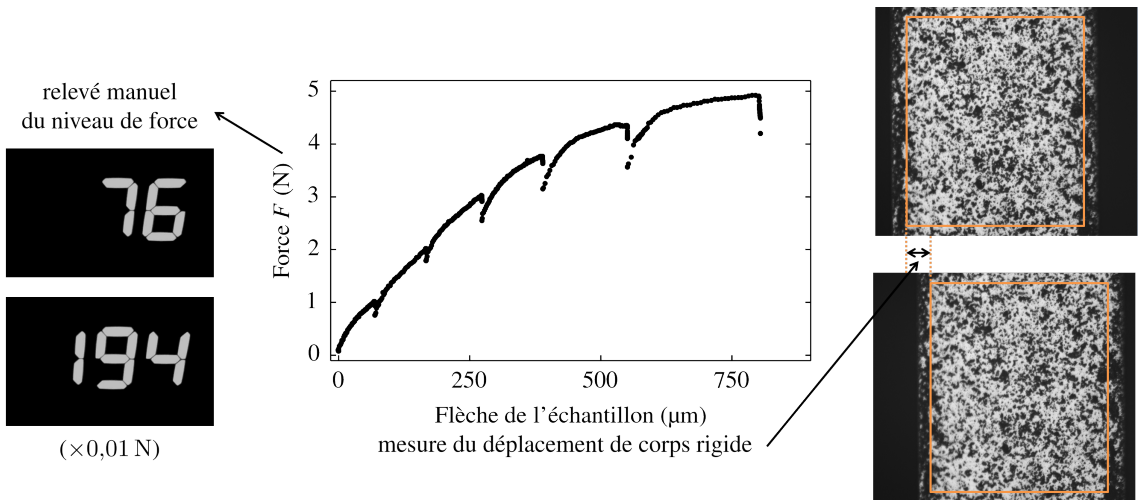


FIGURE 2.36 – Reconstruction de la courbe Force/Flèche macroscopique à partir des séries d’images de l’afficheur de capteur de force et du déplacement du centre de l’échantillon.

ment de corps rigide par corrélation d’images. On utilise donc les valeurs issues du dispositif de microdiffraction, rassemblées dans le tableau 2.9, pour mesurer le déplacement des points d’appui.

Valeur du chargement (N)	0,76	1,79	2,55	3,15	3,56
Corrélation d’images (μm)	68	167	274	389	551
Dispositif de microdiffraction (μm)	65	169	275	395	569
Écart (%)	4,4	1,2	0,7	1,8	3,3

TABLEAU 2.8 – Estimation de la flèche en fonction du pas de chargement par deux méthodes. Le déplacement de corps rigide mesuré par corrélation d’images est celui utilisé dans la courbe Force/Flèche. La seconde estimation provient de l’enregistrement du dispositif de microdiffraction.

Valeur du chargement (N)	0,76	1,79	2,55	3,15	3,56
Déplacement des points d’appui (μm)	66	154	243	343	483

TABLEAU 2.9 – Mesure du déplacement des points d’appui à chaque pas de chargement d’après l’enregistrement du dispositif de microdiffraction.

Bilan

Un profil de déformation est créé dans l’échantillon monocristallin Flex2, de manière contrôlée lors d’un essai de flexion in-situ. Les champs de déformations élastique et totale sont mesurés simultanément par microdiffraction Laue et par corrélation d’images numériques. Les résultats de ces mesures ainsi que la façon dont elles sont utilisées pour obtenir expérimentalement le comportement mécanique local du cristal, sont présentés dans le chapitre 4.

Le travail expérimental réalisé s'est focalisé sur le développement d'une technique de pose de mouchetis pour la corrélation d'images à l'échelle du micron. L'originalité de cet essai in-situ réside dans l'installation à proximité du dispositif de microdiffracton Laue d'un microscope optique optimisé pour la corrélation d'images. Le prototype de la machine de flexion Microstress a été utilisé de manière à pouvoir transporter facilement l'échantillon en charge d'un poste d'observation à un autre. Malgré les imperfections de ce prototype, les grandeurs locales et macroscopiques liées à l'essai ont été collectées avec succès.

2.5 Bilan de la démarche expérimentale

Un monocristal austénitique, matériau modèle des grains de l'acier 316L, a été employé pour réaliser deux essais de flexion Flex1 et Flex2. Le cristal a été sollicité à des déformations inférieures à 0,5%, dans la transition élasto-plastique, suivant ses axes $[1\ 0\ 0]$. À des fins de comparaison, le comportement en traction du matériau a également été évalué dans des conditions similaires par deux essais (Trac1 et Trac2) in-situ dans le microscope électronique à balayage.

Le premier essai de flexion Flex1 est destiné à valider la justesse des mesures de déformations élastiques par microdiffracton Laue et HR-EBSD dans un matériau plastifié. Les résultats de cette étude font l'objet du chapitre 3. Un profil de déformations élastiques résiduelles est créé de manière contrôlée dans l'échantillon, in-situ dans le dispositif de microdiffracton Laue. Ce profil est mesuré successivement in-situ par Laue-DIC et ex-situ par HR-EBSD. Ces deux techniques relatives tirent partie de la présence dans le champ de flexion d'un état de déformation nul (fibre neutre) pour fixer le point de référence des mesures.

Le second essai Flex2 vise la détermination expérimentale du comportement local du matériau par la mesure simultanée des champs de déformations élastiques et totales. Le couplage de ces champs est réalisé dans le chapitre 4. Une machine de flexion spécifique, développée dans l'ANR Microstress, a été mise en œuvre pour pouvoir réaliser alternativement et avec un niveau de chargement constant, les mesures de déformations élastiques par microdiffracton Laue et de déformations totales par corrélation d'images.

D'un point de vue expérimental, une méthode de préparation des éprouvettes a été développée pour satisfaire aux exigences des techniques de microdiffracton Laue et d'HR-EBSD. Un moyen original a également été employé pour déposer le mouchetis nécessaire à l'obtention du contraste artificiel dans les images optiques destinées à la corrélation d'images. Enfin, une nouvelle procédure de mesure en HR-EBSD a été utilisée permettant d'obtenir les déformations élastiques en balayage faisceau sur de grandes cartographies (500 μm).

Chapitre 3

Justesse des mesures de déformation élastique en présence de plasticité

Ce chapitre vise à estimer la justesse des mesures de déformation élastique dans un matériau plastifié. Dans le chapitre 2, un profil de déformation élastique résiduelle a été créé dans l'éprouvette monocristalline Flex1. Ce profil a été mesuré in-situ par microdiffraction Laue (Laue-DIC) puis ex-situ par HR-EBSD. La comparaison de ces deux observations permet de quantifier la justesse des mesures sur le cristal déformé à moins de 0,5% au cours de l'essai de flexion. Il est montré enfin que la technique HR-EBSD permet de caractériser les plans de glissement activés en surface.

Sommaire

3.1	Contexte et intérêt de l'étude	100
3.2	Création du profil de déformation élastique résiduelle	101
3.2.1	Rappels sur le déroulement de l'essai Flex1	101
3.2.2	Évolution du profil de déformation élastique en charge	101
3.2.3	Validation qualitative et représentativité des résultats	107
3.2.4	Cohérence des mesures avec le comportement en traction	113
3.3	Justesse des mesures HR-EBSD et Laue-DIC	117
3.3.1	Calcul de la justesse des mesures	117
3.3.2	Identification par HR-EBSD des plans de glissement activés	120
3.4	Conclusion	131

3.1 Contexte et intérêt de l'étude

La microdiffraction Laue et l'EBSD à haute résolution angulaire donnent des résultats fiables et exacts dans des cristaux quasi-parfaits, sollicités dans le domaine élastique. Sur des matériaux écrouis, la confiance accordée aux mesures quantitatives est plus faible. Une mise en œuvre rapide des techniques peut facilement conduire à sur-évaluer les déformations, comme en témoignent les valeurs rapportées dans la littérature (e.g. des niveaux de contrainte locale de l'ordre de 500 MPa [12, 13] dans du cuivre dont la limite d'élasticité macroscopique est inférieure à 70 MPa). Il est prudent de s'assurer que nos mesures sont justes avant de les utiliser pour étudier le comportement du matériau. En réalité, les mesures dans le domaine élasto-plastique n'ont jamais été validées expérimentalement car il n'existe pas d'échantillon standard écroui dont on connaisse précisément le champ de déformation élastique à l'échelle locale.

L'objectif de cette première étude est donc de proposer une méthode originale pour évaluer la justesse des mesures Laue-DIC et HR-EBSD dans le domaine plastique. Un profil de déformation élastique résiduelle est créé dans un monocristal en lui appliquant une sollicitation mécanique contrôlée. Ce profil constitue un état de référence qui est ensuite mesuré indépendamment par les deux techniques. La comparaison des résultats apporte une évaluation de la justesse des mesures. La façon dont est généré le profil de déformation permet de s'assurer, par ailleurs, que les valeurs mesurées sont cohérentes avec le comportement connu du matériau. À l'aide d'un modèle mécanique simple, on est ainsi capable de détecter l'absence d'un hypothétique biais commun aux deux techniques.

Notre expérience fait intervenir de faibles taux de plasticité ($< 0,5\%$), ce qui présente deux avantages. D'une part, il est possible d'utiliser un formalisme de petites transformations pour analyser les résultats. Les différences de convention pour la définition des rotations ou des déformations entre HR-EBSD, Laue conventionnel et Laue-DIC sont ainsi éliminées (cf. chapitre 1). D'autre part, l'impact des gradients de rotations introduits par la plasticité est limité. La gestion des gradients de rotation constitue un verrou important à la mesure de déformations élastiques dans les matériaux écrouis. Leur prise en compte nécessite l'application de traitements numériques qui détériorent la justesse des mesures par rapport au cas de transformations infinitésimales (pré-rotation du cliché en HR-EBSD) ou à des techniques expérimentales complexes toujours en cours de développement (DAXM en microdiffraction Laue). Dans ce travail on s'affranchit des incertitudes liées à la mise en œuvre de ces techniques particulières. La méthodologie proposée peut cependant être appliquée à des taux de déformation plus importants.

Le profil de déformation est créé dans un monocristal, initialement libre de contraintes résiduelles. L'échantillon homogène est sollicité en flexion quatre points lors d'un essai in-situ en microdiffraction Laue. Le détail du protocole expérimental de cet essai (Flex1) a été présenté dans la section 2.3. On dispose donc de l'évolution du profil de déformation élastique depuis l'état initial jusqu'à l'état résiduel, une fois l'éprouvette déchargée. Le sens mécanique de ces mesures, leur représentativité puis leur cohérence avec le comportement connu du matériau sont discutés dans la première partie de ce chapitre. Une fois l'acquisition du profil résiduel terminée en microdiffraction, l'échantillon est transféré dans un microscope électronique à balayage pour réaliser la mesure par HR-EBSD.

La comparaison des résultats Laue-DIC et HR-EBSD à l'état résiduel est introduite dans la seconde partie. Elle permet d'évaluer la justesse des mesures à partir de la distance entre les deux évaluations du profil. L'influence sur les mesures HR-EBSD des champs de rotation situés à proximité des plans de glissement activés par la plasticité est également étudiée. L'étude de ces champs

permet de déterminer le caractère des traces de glissement, comme l'illustre les observations croisées de la section 3.3.2 entre l'HR-EBSD et la technique MEB de caractérisation des dislocations ECCI (electron channeling contrast imaging).

3.2 Création du profil de déformation élastique résiduelle

Dans cette section, une analyse critique portant sur la qualité de la mesure Laue-DIC du profil de déformation élastique résiduel est réalisée, à partir de l'analyse des données acquises durant l'essai Flex1. Après un bref rappel du déroulement de cet essai (exposé en détail dans la section 2.3), le résultat des acquisitions sera présenté puis interprété du point de vue de la mécanique. Nous vérifierons que le profil observé évolue comme attendu lors d'une sollicitation en flexion pure. Le traitement relatif Laue-DIC, utilisé pour la première fois sur un matériau plastifié, sera comparé au traitement conventionnel absolu, validant ainsi le choix du point de référence sur la fibre neutre. La représentativité des données sera également discutée. Comme l'échantillon est monocristallin, il est possible de connaître l'état de déformation local assez précisément à l'aide d'un modèle analytique simple, en lien avec les grandeurs macroscopiques de l'essai. Nous étudierons donc dans quelle mesure le comportement local observé par Laue-DIC est en accord avec le comportement mécanique macroscopique connu du matériau.

3.2.1 Rappels sur le déroulement de l'essai Flex1

Les principales caractéristiques de l'essai Flex1 sont illustrées par la figure 3.1. L'échantillon monocristallin d'acier austénitique est sollicité en flexion quatre points in-situ sur le dispositif de microdiffraction Laue. Au centre de l'éprouvette, le cristal quasi-parfait est constitué d'un unique sous-grain dont les axes cristallographiques $\langle 100 \rangle$ sont alignés avec les arêtes de l'échantillon. Dans l'épaisseur de l'éprouvette (500 μm), on observe avec le chargement, le développement d'un gradient de déformation élastique. Le chargement, quasi-statique, est interrompu régulièrement pour réaliser une acquisition en microdiffraction Laue. Cette acquisition est menée lorsque la relaxation de l'échantillon est terminée, lorsque le niveau de force est stabilisé. Au total neuf niveaux de chargement sont étudiés : quatre dans le domaine élastique, quatre dans le domaine élasto-plastique et enfin l'état de déformation résiduel obtenu après la décharge de l'éprouvette.

Chaque acquisition comprend un profil principal suivant l'axe \underline{x} et deux profils secondaires suivant le même axe mais décalés dans la direction \underline{y} de $\pm 100 \mu\text{m}$. Les résultats des profils secondaires sont utilisés pour valider la représentativité des mesures du profil principal. Pour le traitement Laue-DIC, on fait l'hypothèse que dans cette situation symétrique, il existe une fibre neutre (état de contraintes nulles) située à mi-épaisseur de l'échantillon. Le cliché Laue de référence, supposé non-contraint, est donc sélectionné à mi-épaisseur dans le profil étudié. Ce choix n'a pas d'influence sur l'information collectée par la mesure Laue-DIC. Il permet seulement d'assimiler la mesure relative à une évaluation absolue de la déformation élastique.

3.2.2 Évolution du profil de déformation élastique en charge

L'observation Laue-DIC de l'évolution du profil principal avec le chargement est présentée ici dans un formalisme de petites transformations. Une interprétation en terme mécanique des résultats est ensuite formulée.

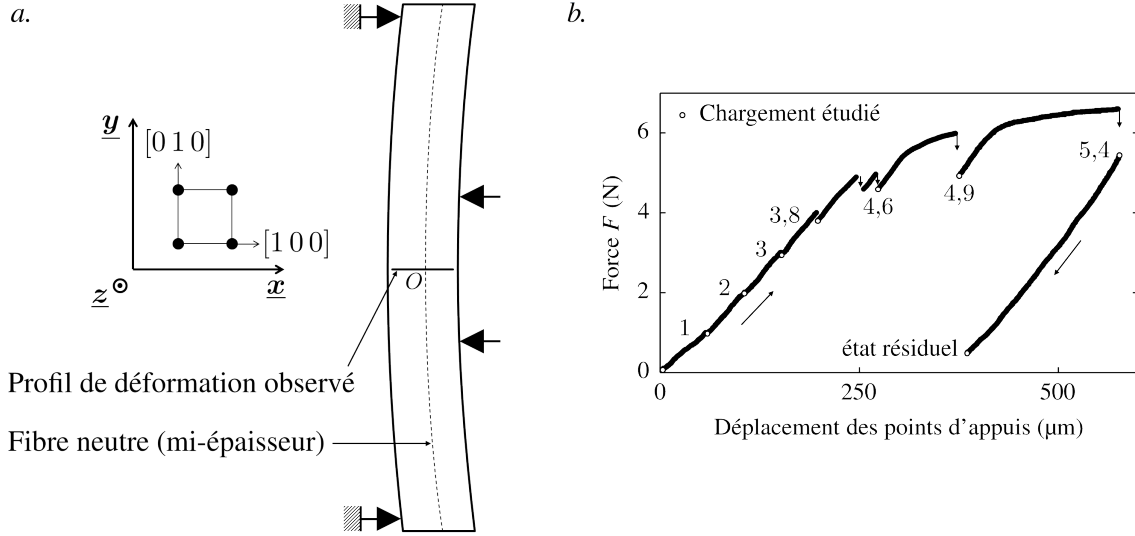


FIGURE 3.1 – *a.* Essai de flexion utilisé pour créer un profil de déformation dans l'épaisseur de l'échantillon monocristallin Flex1. Le cristal est sollicité suivant les axes cristallographiques $[100]$. *b.* Courbe force-déplacement associée à l'essai montrant les niveaux de chargement étudiés.

3.2.2.1 Formalisme des petites transformations utilisé

Dans cette expérience les niveaux de rotations et de déformations élastiques restent inférieurs à 0,1 %. Il est possible d'utiliser un formalisme de petites déformations pour décrire les résultats car les erreurs générées par cette simplification sont de l'ordre de 10^{-6} [25], soit un ordre de grandeur inférieur à la résolution de la technique Laue-DIC [39].

Le tenseur gradient de la transformation $\tilde{\mathbf{F}}^t$, qui rend compte de la déformation totale $\tilde{\boldsymbol{\varepsilon}}^t$ du matériau, est décomposé de manière additive :

$$\tilde{\mathbf{F}}^t = \tilde{\mathbf{I}} + \tilde{\boldsymbol{\varepsilon}}^p + \tilde{\boldsymbol{\varepsilon}}^e + \tilde{\boldsymbol{\omega}} \quad \text{avec} \quad \tilde{\boldsymbol{\varepsilon}}^p + \tilde{\boldsymbol{\varepsilon}}^e = \tilde{\boldsymbol{\varepsilon}}^t \quad (3.1)$$

Dans l'expression (3.1), on reconnaît le tenseur des petites rotations $\tilde{\boldsymbol{\omega}}$, des petites déformations élastiques $\tilde{\boldsymbol{\varepsilon}}^e$, plastiques $\tilde{\boldsymbol{\varepsilon}}^p$ et le tenseur identité $\tilde{\mathbf{I}}$. On rappelle que la microdiffraction Laue n'est sensible qu'à la partie déviatorique $\tilde{\boldsymbol{\varepsilon}}^{e*}$ du tenseur $\tilde{\boldsymbol{\varepsilon}}^e$. En distinguant partie hydrostatique et déviatorique, la relation (3.1) peut s'écrire dans le repère orthonormé $(\underline{x}, \underline{y}, \underline{z})$ sous la forme matricielle suivante :

$$[\tilde{\mathbf{F}}^t] = [\tilde{\mathbf{I}}] + [\tilde{\boldsymbol{\varepsilon}}^p] + \frac{1}{3} \text{trace}(\tilde{\boldsymbol{\varepsilon}}^e) [\tilde{\mathbf{I}}] + \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx}^{e*} & \varepsilon_{xy}^{e*} & \varepsilon_{xz}^{e*} \\ \varepsilon_{xy}^{e*} & \varepsilon_{yy}^{e*} & \varepsilon_{yz}^{e*} \\ \varepsilon_{xz}^{e*} & \varepsilon_{yz}^{e*} & \varepsilon_{zz}^{e*} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} 0 & -\omega_z & \omega_y \\ \omega_z & 0 & -\omega_x \\ -\omega_y & \omega_x & 0 \end{bmatrix} \quad (3.2)$$

L'état de déformation et de rotation du profil est présenté dans la suite à travers l'évolution des termes des matrices $[\tilde{\boldsymbol{\varepsilon}}^{e*}]$ et $[\tilde{\boldsymbol{\omega}}]$, la mesure Laue-DIC portant sur ces termes. Les figures de ce chapitre sont construites de manière à rappeler la décomposition de l'expression (3.2) (cf. figure 3.2).

3.2.2.2 Présentation des résultats Laue-DIC

Les figures 3.2, 3.3 et 3.4 présentent le profil des composantes de déformation élastique et de rotation mesuré par Laue-DIC à différents niveaux de chargement. La position du profil sur l'échantillon ainsi que la définition du repère $(\underline{x}, \underline{y}, \underline{z})$ sont rappelées dans la figure 3.1. Tous les résultats sont relatifs à l'état du point de référence des mesures, sélectionné à mi-épaisseur de l'échantillon, sur la fibre neutre. Les termes ε_{ii}^{e*} correspondent aux composantes normales de traction/compression que l'on distingue des composantes $\varepsilon_{ij, i \neq j}^{e*}$ de cisaillement. Les termes ω_i sont les composantes de rotation qui mesurent la désorientation (ou orientation relative) du cristal par rapport au point de référence.

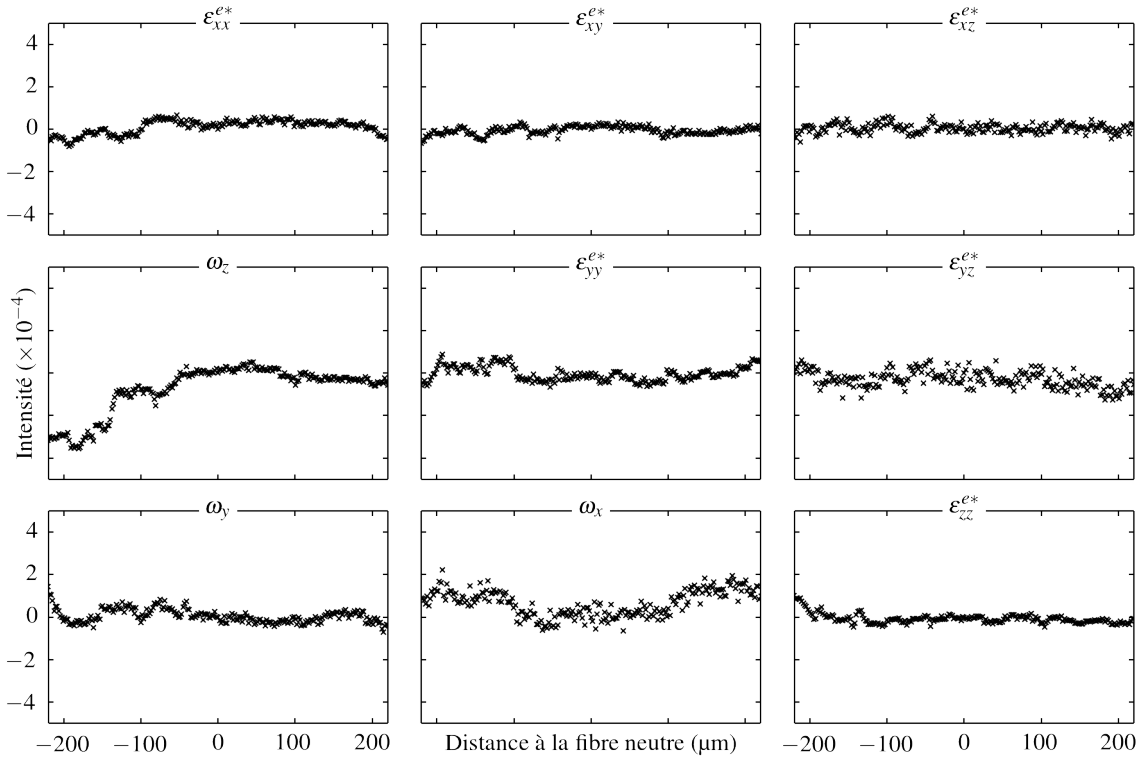


FIGURE 3.2 – État initial à 0 N du profil de déformation élastique (ε_{ij}^{e*}) et de rotation (ω_i) mesuré par Laue-DIC. En abscisse, on indique la position suivant l'axe \underline{x} dans le profil et en ordonnée la valeur de la composante (en radians pour les rotations). Ces valeurs sont relatives à l'état du point de référence, sélectionné au centre du profil sur la fibre neutre.

À l'état initial (0 N), de très faibles fluctuations autour de zéro du niveau de déformation sont observées, avec une amplitude de 10^{-4} . Des désorientations inférieures à $3 \cdot 10^{-4}$ rad ou $0,02^\circ$ sont également enregistrées.

Durant les premiers pas de chargement (1 N, 2 N et 3 N), un profil linéaire et symétrique de déformation normale (ε_{xx}^{e*} , ε_{yy}^{e*} et ε_{zz}^{e*}) apparaît dans l'échantillon. Comme le montre la figure 3.3, la pente de ce profil augmente proportionnellement avec le chargement. Les composantes ε_{xx}^{e*} et ε_{zz}^{e*} sont négatives à gauche de la fibre neutre (abscisses négatives) et positives à droite. Le comportement opposé est observé pour la composante ε_{yy}^{e*} . Des fluctuations autour de la tendance linéaire sont également détectées, avec une forme semblable aux fluctuations initiales. Ces fluctuations ne

semblent pas être une conséquence du chargement de l'éprouvette mais un vestige de l'état initial du monocristal. Les composantes de cisaillement et de rotation n'évoluent pas durant ces premiers pas de chargement.

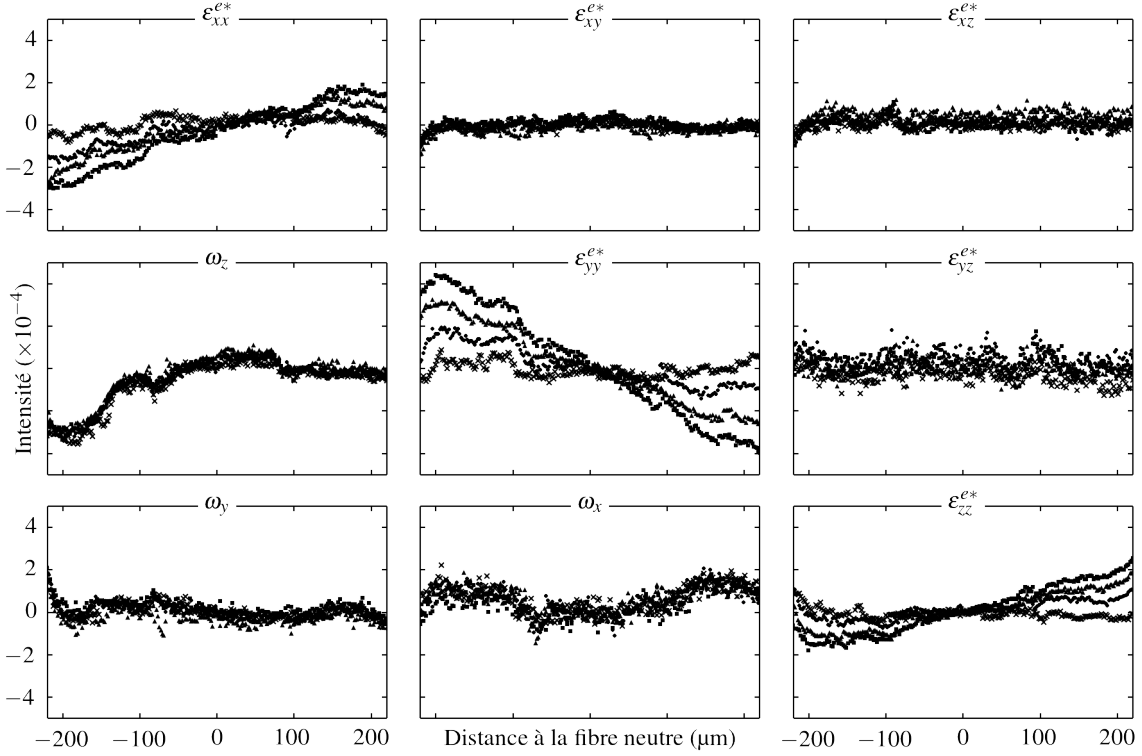


FIGURE 3.3 – Évolution avec le chargement du profil de déformation élastique (ε_{ij}^{e*}) et de rotation (ω_i) mesuré par Laue-DIC à : \times 0 N, \bullet 1 N, \blacktriangle 2 N et \blacksquare 3 N. En abscisse, on indique la position suivant l'axe x dans le profil et en ordonnée la valeur de la composante (en radians pour les rotations). Ces valeurs sont relatives à l'état du point de référence, situé sur la fibre neutre.

D'après la figure 3.4, le profil de déformation normale à 5,4 N (dernier état chargé) est composé de trois segments. À gauche et à droite, sur les bords de l'échantillon, la pente des segments est faible alors que proche de la fibre neutre la pente du troisième segment est très forte. Dans les régions délimitées par les segments de faible pente, la distribution des composantes de rotation est différente de celle observée à l'état initial. Les composantes de cisaillement restent quasiment nulles. On détecte uniquement une évolution de la composante de cisaillement ε_{yz}^{e*} d'une amplitude inférieure à 4.10^{-4} .

Afin de ne pas surcharger le manuscrit, les profils acquis à des chargements intermédiaires (3,8 N, 4,6 N et 4,9 N) sont décrits à travers l'évolution de la composante normale ε_{yy}^{e*} et de l'angle de désorientation θ (cf. équation 1.27) qui agrège l'information des termes ω_i . Comme le montre la figure 3.5, à 3,8 N les segments de faible pente sont très courts et situés au bord de l'échantillon. À 4,6 N et 4,9 N les segments de faible pente s'étendent vers la fibre neutre. L'angle de rotation θ suit une évolution similaire. La désorientation augmente seulement dans les régions délimitées par les segments de faible pente, depuis les bords de l'éprouvette en direction de la fibre neutre.

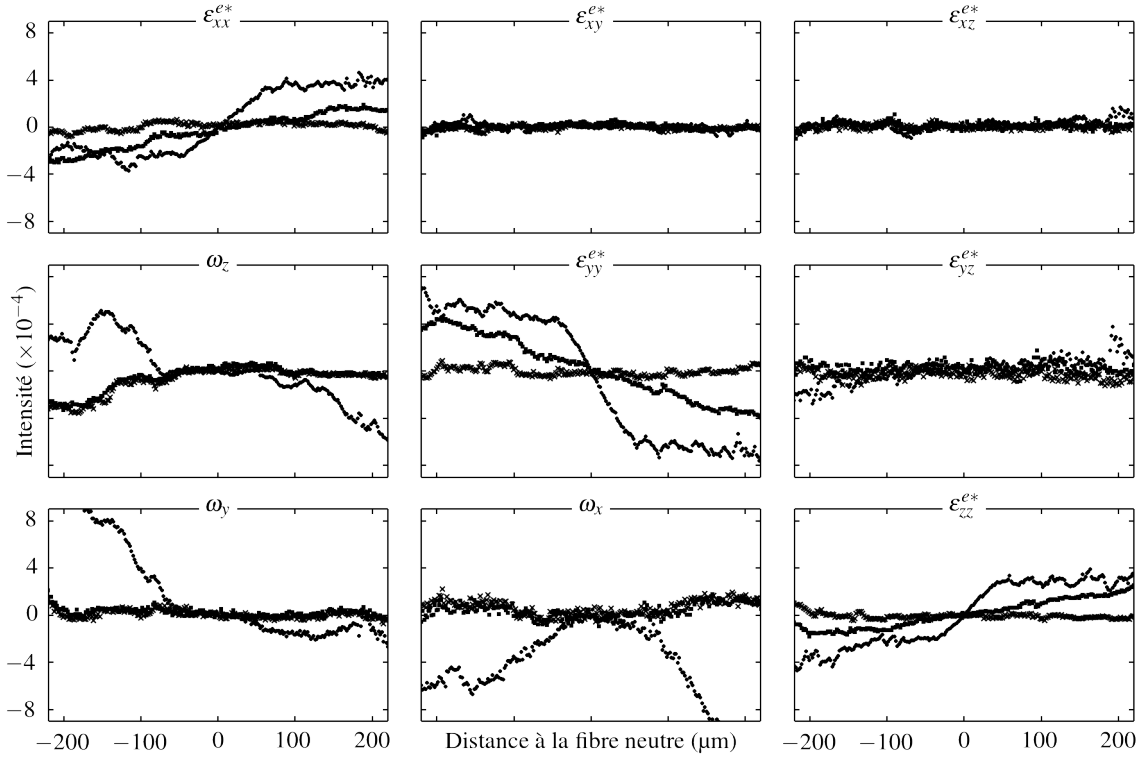


FIGURE 3.4 – Évolution avec le chargement du profil de déformation élastique (ε_{ij}^{e*}) et de rotation (ω_i) mesuré par Laue-DIC à : \times 0 N, \blacksquare 3 N et \bullet 5,4 N. En abscisse, on indique la position suivant l'axe \underline{x} dans le profil et en ordonnée la valeur de la composante (en radians pour les rotations). Ces valeurs sont relatives à l'état du point de référence, situé sur la fibre neutre.

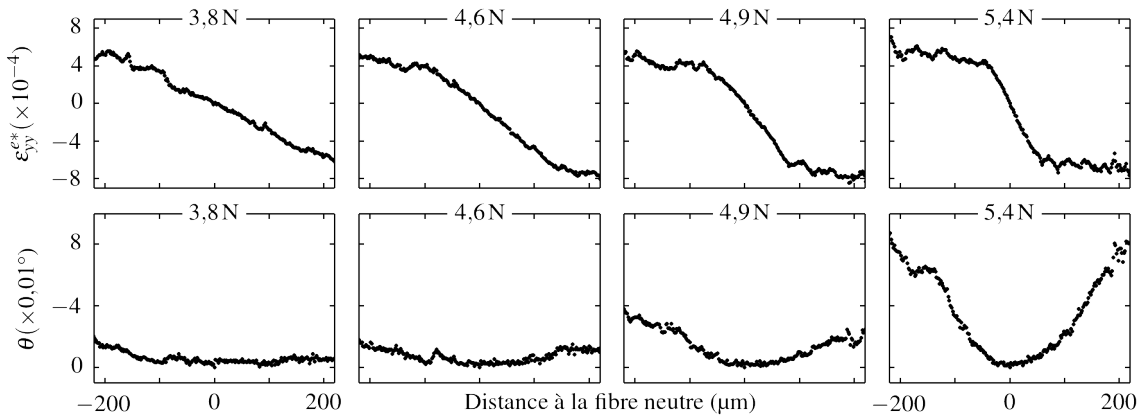


FIGURE 3.5 – Évolution avec le chargement de la composante ε_{yy}^{e*} et de l'angle de désorientation θ mesuré par Laue-DIC dans la transition élasto-plastique. En abscisse, on indique la position suivant l'axe \underline{x} dans le profil et en ordonnée la valeur de la composante (en degré pour θ). Ces valeurs sont relatives à l'état du point de référence, situé sur la fibre neutre.

3.2.2.3 Interprétation des résultats

D'après les résultats de la section précédente, les variations de déformation et de rotation caractéristiques s'observent à une échelle comprise entre 10^{-4} et 10^{-3} . À cette échelle de déformation, le cristal initial à 0 N est libre de toute déformation résiduelle (cf. figure 3.2). Néanmoins, les fluctuations détectées dans les composantes ε_{ij}^{e*} ont une origine physique et ne proviennent pas d'un bruit de mesure. En effet, la résolution de la technique Laue-DIC dans ce cristal non-écroui est à priori de 10^{-5} , soit un ordre de grandeur inférieur à l'amplitude des variations mesurées. Les fluctuations subsistent avec l'augmentation du niveau moyen de déformation (cf. figure 3.3). Initialement, le cristal est constitué d'un unique sous-grain qui possède des désorientations intra-granulaires inférieures à $0,02^\circ$.

Jusqu'à 3 N la réponse de l'échantillon est purement élastique. À l'échelle macroscopique, la courbe force-déplacement (cf. figure 3.1b.) fait état d'une relation linéaire. On note également l'absence du phénomène de relaxation, symptomatique d'une déformation plastique du cristal, quand le chargement est interrompu. À l'échelle locale (cf. figure 3.3), un profil de déformation linéaire est présent sur les composantes de traction/compression. L'absence de rotation du cristal est une preuve supplémentaire de la réponse purement élastique de l'éprouvette.

Un état de flexion pur est présent au centre de la poutre. En effet, l'orientation du cristal dans notre essai a été choisie pour que la symétrie du chargement coïncide avec la symétrie du réseau cristallin. On s'attend donc à ce que $\varepsilon_{xx}^{e*} = \varepsilon_{zz}^{e*}$ et à ce que les composantes de cisaillement soient nulles [165]. Expérimentalement aucun cisaillement n'est observé. La répartition de la déformation entre ε_{yy}^{e*} , ε_{xx}^{e*} et ε_{zz}^{e*} est par ailleurs cohérente avec un état de traction uniaxiale selon l'axe \underline{y} ($<010>$). La composante ε_{yy}^{e*} , de forte intensité, correspond à la déformation principale associée directement à la sollicitation. Les composantes ε_{xx}^{e*} et ε_{zz}^{e*} , de plus faible intensité, sont la conséquence de l'effet Poisson. Ces composantes varient de manière identique confirmant le caractère symétrique de l'essai. La déformation est proportionnelle à la distance à la fibre neutre comme le prédit la théorie de Bernoulli des poutres dans le cas d'une flexion pure (cf. les hypothèses du modèle développé dans l'annexe C).

À 3,8 N, le cristal loin de la fibre neutre franchit la limite élastique, en traction à gauche et en compression à droite. Le matériau se déforme plastiquement ce qui crée deux cassures dans le profil de déformation. Avec l'augmentation du chargement, la pente du profil proche de la fibre neutre continue d'augmenter. Un volume plus important de matière dépasse la limite élastique ce qui entraîne l'extension des domaines élasto-plastiques en direction de la fibre neutre (cf. figure 3.5). Comme la déformation plastique se développe sur les bords de l'échantillon, le matériau s'écrouit. L'écrouissage est à l'origine des pentes faibles du profil dans les régions plastifiées.

Le développement de la déformation plastique entre 3,8 N et 5,4 N se traduit par l'évolution des composantes de rotation qui attestent du glissement des dislocations et de leur accumulation sous forme de dislocations géométriquement nécessaires. La faible évolution de la composante de cisaillement ε_{yz}^{e*} découle peut-être de l'hétérogénéité locale de la déformation, conséquence d'un écrouissage hétérogène du matériau (cf. figure 3.4). D'un point de vue macroscopique, la réponse élasto-plastique de l'éprouvette est mise en évidence par la perte de linéarité de la courbe force-déplacement (cf. figure 3.1). L'apparition d'une diminution du niveau de force lors de l'interruption du chargement est caractéristique du phénomène visco-plastique de relaxation qui a lieu dans le monocristal.

3.2.3 Validation qualitative et représentativité des résultats

Cette section est dédiée à la validation qualitative des résultats Laue-DIC. La répartition des traces de glissement après l'essai est analysée pour étayer notre interprétation des résultats. La technique relative Laue-DIC, mise en œuvre pour la première fois sur un matériau plastifié, est comparée avec la méthode conventionnelle absolue. Finalement la représentativité du profil principal étudié est discutée au regard des profils secondaires.

3.2.3.1 Observation des traces de la plasticité

La figure 3.6 synthétise les observations MEB réalisées en contraste de canalisation sur le profil après la décharge depuis 5,4 N. Des traces rectilignes sont observées inclinées à $\pm 45^\circ$ des directions \underline{x} et \underline{y} . Proche de la fibre neutre aucune trace n'est visible. Les premiers contrastes rectilignes apparaissent à une distance de la fibre neutre comprise entre 40 μm et 75 μm . Le nombre de traces augmente lorsque la distance au bord de l'échantillon diminue. Dans la partie en traction, une famille de lignes domine. Dans la partie en compression, deux familles perpendiculaires sont présentes en quantités égales.

D'après l'orientation du cristal, ces traces témoignent du glissement des dislocations sur les plans denses de type $\{111\}$. Proche de la fibre neutre, comme la déformation est purement élastique, aucun contraste rectiligne n'est observé. L'apparition des premières traces, situées entre 40 μm et 75 μm de la fibre neutre, correspond à la position de la cassure dans le profil de déformation élastique mesuré à 5,4 N. Lors de ce dernier niveau de chargement, le cristal situé à environ 50 μm de la fibre neutre franchit en effet la limite d'élasticité. Dans les parties plastifiées en traction et en compression, le nombre de traces augmente avec la distance à la fibre neutre car la déformation plastique est plus importante aux bords de l'échantillon.

3.2.3.2 Comparaison du traitement Laue-DIC avec le traitement Laue conventionnel

La technique Laue-DIC est mise en œuvre dans ce chapitre car elle permet une mesure relative des déformations, comme la technique HR-EBSD. Cependant, afin de comparer les résultats obtenus à différents niveaux de chargement lors de l'essai in-situ, il est nécessaire de se rapporter à des données absolues. Ceci est réalisé implicitement en choisissant le point de référence sur la fibre neutre. Comme l'essai de flexion est symétrique, on suppose que la fibre située à mi-épaisseur est toujours non contrainte. Quel que soit le pas de chargement, les points de référence sont dans un même état de déformation. Il est donc possible de comparer les différentes acquisitions.

On s'intéresse ici aux différences entre le traitement Laue-DIC et le traitement absolu conventionnel, avec l'objectif de vérifier si l'hypothèse de fibre neutre est pertinente. On s'assure également que la technique, mise en œuvre pour la première fois sur un matériau plastifié, donne des résultats cohérents avec la technique standard.

La figure 3.7 illustre les résultats obtenus à partir du même jeu de données (5,4 N) par un traitement absolu conventionnel et le traitement relatif Laue-DIC. Pour chaque composante, on observe que les deux courbes possèdent la même forme mais sont décalées en intensité d'une valeur qui ne dépend pas de la position en \underline{x} dans le profil. Les valeurs de ce décalage, évaluées comme la distance moyenne entre les points des deux courbes, pour chaque niveau de chargement, sont rassemblées dans le tableau 3.1. La dispersion des points pour le traitement Laue-DIC est plus faible que pour la méthode conventionnelle : ce phénomène est surtout visible sur les composantes de cisaillement.

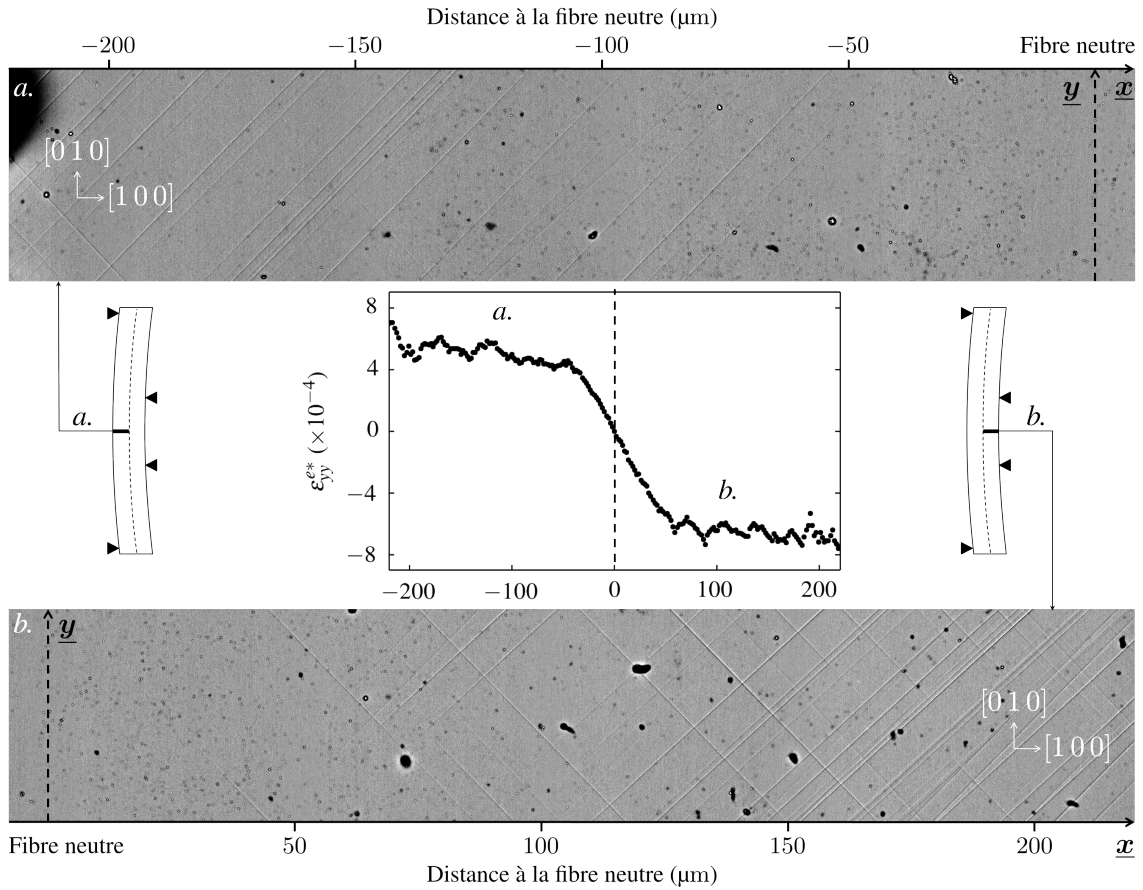


FIGURE 3.6 – Observation du profil par imagerie en contraste de canalisation dans le MEB, après décharge de l'éprouvette depuis 5,4 N. Des traces rectilignes sont observées dans les parties en traction (a.) et en compression (b.) du profil. La répartition de ces marqueurs de la plasticité sont en accord avec la composante principale ε_{yy}^{e*} du profil de déformation mesuré à 5,4 N.

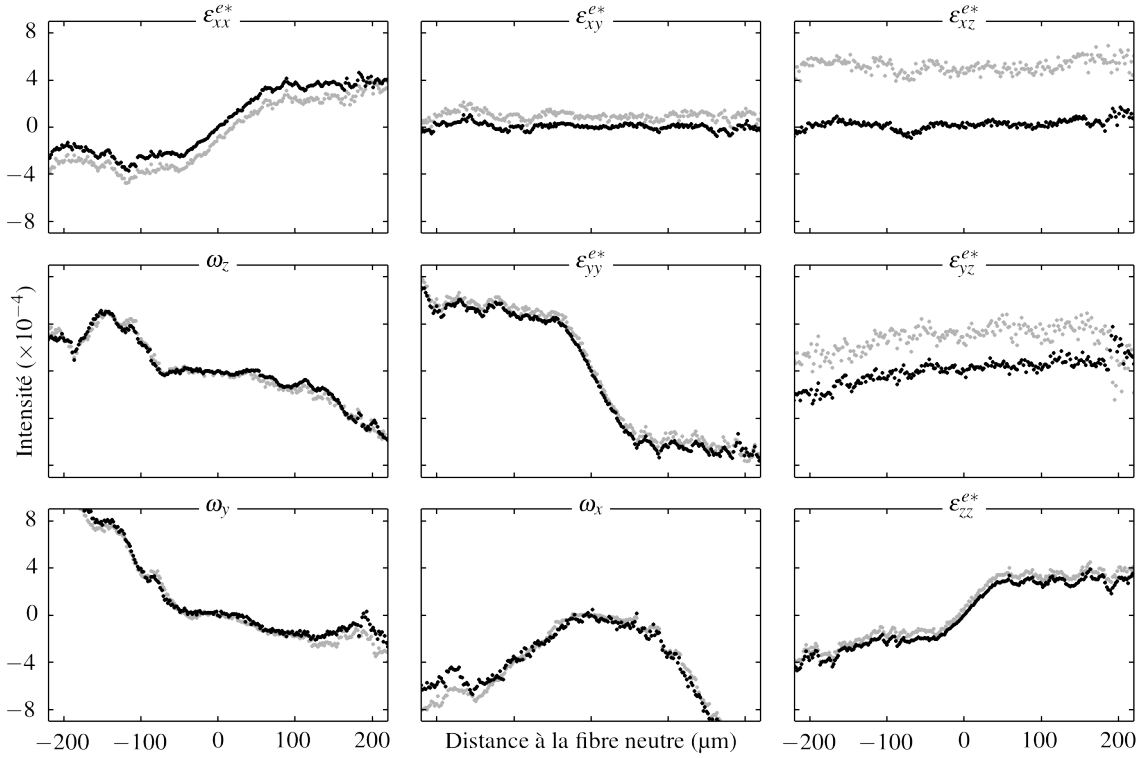


FIGURE 3.7 – Comparaison du traitement relatif Laue-DIC (en noir) et du traitement absolu conventionnel (en gris) des données du profil acquis à 5,4 N. En abscisse, on indique la position suivant l’axe x dans le profil et en ordonnée la valeur de la composante (en radians pour les rotations). Le point de référence pour les valeurs Laue-DIC est situé sur la fibre neutre.

D'après le tableau 3.1, l'écart entre les deux courbes sur les composantes normales de déformation et sur les composantes de rotation est généralement inférieur à $1,5 \cdot 10^{-4}$. Il est systématiquement plus important pour les composantes de cisaillement : entre 10^{-4} et $2 \cdot 10^{-4}$ sur ε_{xy}^{e*} , entre $4 \cdot 10^{-4}$ et $5 \cdot 10^{-4}$ sur ε_{xz}^{e*} et ε_{yz}^{e*} . Pour les chargements 4,6 N et 4,9 N, des écarts exceptionnels atteignant $2,8 \cdot 10^{-4}$ sont enregistrés pour les composantes ε_{yy}^{e*} et ε_{xx}^{e*} .

En microdiffraction Laue classique, les incertitudes sur la mesure des déformations sont d'environ $5 \cdot 10^{-5}$ dans des conditions optimales [16]. Dans la pratique, l'ordre de grandeur est plutôt de 10^{-4} [37]. Dans notre cas, les pics de diffraction ont une forme gaussienne et l'incertitude provient essentiellement des paramètres de calibration. Un défaut de calibration, constant pour tous les points du profil, aura pour conséquence un décalage du niveau moyen du profil. Une partie importante des écarts (de l'ordre de 10^{-4}) sur les composantes normales de déformation et les composantes de rotation est attribuée à l'incertitude sur la calibration. On sait par ailleurs que les composantes ε_{xz}^{e*} et ε_{yz}^{e*} sont mesurées avec une plus grande incertitude en raison du bruit de mesure et de la taille finie du détecteur [17, 166], ce qui explique les décalages pouvant atteindre $5 \cdot 10^{-4}$ sur les cisaillements et la dispersion supérieure des résultats.

Les écarts exceptionnels des chargements 4,6 N et 4,9 N sont également attribués à des problèmes de calibration bien que leur origine exacte soit inconnue. Les paramètres utilisés, calculés comme la moyenne des paramètres obtenus sur dix figures de diffraction du monocristal de germanium, sont en cohérence avec les valeurs obtenues, suivant le même protocole, sur les autres pas de chargement. L'utilisation du détecteur VHR est peut-être responsable de ces écarts. Ce détecteur possède en effet un angle solide de collection réduit (18 pics de diffraction sur le monocristal d'acier) par rapport au détecteur standard MAR165 CCD utilisé dans le chapitre suivant (33 pics) avec lequel l'incertitude de $5 \cdot 10^{-5}$ a été évaluée [16]. De nouvelles façons de calibrer le dispositif de microdiffraction sont explorées dans le travail de F. Zhang [45].

Une explication alternative du décalage entre les courbes réside dans la potentielle existence d'un état de déformation non nul à mi-épaisseur de l'éprouvette. Les données Laue-DIC seraient alors décalées de la valeur de déformation au point de référence. Avec cette hypothèse, il est néanmoins difficile d'expliquer la présence d'efforts de cisaillements pour une sollicitation en flexion dans une configuration d'essai parfaitement symétrique. De plus, on s'attend à ce que la déformation à mi-épaisseur évolue progressivement avec le chargement or aucune variation dans le tableau 3.1 ne semble monotone. Enfin, il est difficile d'expliquer les écarts exceptionnellement

	ε_{yy}^{e*}	ε_{xx}^{e*}	ε_{zz}^{e*}	ε_{xy}^{e*}	ε_{yz}^{e*}	ε_{xz}^{e*}	ω_x	ω_y	ω_z
0 N	0,42	0,11	0,47	0,51	1,46	0,84	0,41	0,20	0,23
1 N	0,74	0,35	1,09	0,26	0,77	0,31	0,53	0,30	0,24
2 N	0,19	0,96	1,01	1,69	0,91	4,33	0,28	0,26	0,45
3 N	0,58	0,41	0,97	1,68	1,52	3,29	0,41	0,21	0,22
3,8 N	0,78	0,14	0,86	0,98	1,89	1,51	1,14	0,22	0,42
4,6 N	2,76	1,61	1,15	1,94	1,46	2,66	0,36	0,30	0,21
4,9 N	2,15	1,41	0,74	0,52	3,96	1,92	0,30	0,30	0,25
5,4 N	0,54	1,08	0,58	0,94	2,90	4,95	0,65	0,46	0,31

TABEAU 3.1 – Écart moyen entre le traitement Laue-DIC et Laue conventionnel du même profil de déformation à différents niveaux de chargement. Les valeurs sont à multiplier par 10^{-4} .

grands des chargements 4,6 N et 4,9 N suivi d'un retour à de faibles écarts à 5,4 N. On écarte donc cette hypothèse en justifiant que l'incertitude sur le niveau de déformation au point de référence est faible par rapport aux erreurs maximales générées par la calibration.

Lorsque la calibration obtenue est de qualité, l'incertitude apparente sur la valeur de déformation du point de référence semble proche de l'incertitude sur la valeur absolue de la mesure conventionnelle, 10^{-4} . Autrement dit, il est impossible de déterminer qui de la calibration pour la mesure absolue ou de l'hypothèse de fibre neutre pour le Laue-DIC provoque une mesure erronée du niveau de déformation.

En conclusion, l'hypothèse de fibre neutre permet de construire un jeu de données absolues à partir des profils Laue-DIC. Lorsque la calibration obtenue est de qualité, l'incertitude sur la calibration pour la mesure absolue est égale à l'incertitude sur la déformation au point de référence pour la technique relative. L'avantage d'utiliser le traitement Laue-DIC peu sensible à la calibration est de tirer profit de la résolution de la mesure relative et d'éviter les écarts importants que l'on observe à certains pas de chargement dans les mesures conventionnelles.

3.2.3.3 Représentativité des résultats vis-à-vis de la position du profil

L'essai de flexion quatre points de cette étude nous permet de connaître le champ de déformation au centre de l'échantillon à partir d'une simple mesure de profil dans la direction \underline{x} . En première approximation, comme le cristal est sollicité dans ses axes de symétrie, un état de flexion pure est obtenu associé à un champ invariant suivant l'axe \underline{y} (entre les appuis centraux de flexion). Pour vérifier cette hypothèse, on compare ici les résultats obtenus sur le profil principal à ceux obtenus sur les deux profils secondaires décalés de $\pm 100 \mu\text{m}$ le long de l'échantillon.

Dans la figure 3.8 les mesures réalisées à 5,4 N sur les trois profils sont comparées. Les courbes de déformation sont contenues dans un intervalle proche de la fidélité de la mesure caractéristique de chaque composante. Le tableau 3.2 rassemble une estimation, pour tous les pas de chargement, de la valeur de cet intervalle, calculée comme la moyenne de la distance pour chaque point en \underline{x} entre la valeur maximale et minimale des trois courbes. D'après ce tableau, les trois profils de déformation sont contenus dans un intervalle d'une largeur de $1,5 \times 10^{-4}$, excepté pour la composante ε_{yz}^{e*} qui présente un écart plus important attribué à la grande dispersion des résultats.

	ε_{yy}^{e*}	ε_{xx}^{e*}	ε_{zz}^{e*}	ε_{xy}^{e*}	ε_{yz}^{e*}	ε_{xz}^{e*}
0 N	0,64	0,52	0,55	0,52	1,12	0,82
1 N	1,12	0,65	0,73	0,42	1,82	0,98
2 N	0,63	0,53	0,43	0,50	1,51	1,01
3 N	0,73	0,57	0,41	0,41	1,79	0,76
3,8 N	0,63	0,44	0,44	0,41	1,23	0,84
4,6 N	0,68	0,54	0,53	0,48	1,74	0,94
4,9 N	1,07	0,78	0,81	0,56	1,86	1,09
5,4 N	1,51	1,38	1,08	0,72	1,73	1,37

TABLEAU 3.2 – Écart maximal moyen entre les trois profils de déformation espacés de $100 \mu\text{m}$ dans la direction \underline{y} , à différents niveaux de chargement. Les valeurs sont à multiplier par 10^{-4} .

En fonction du profil, les composantes de rotation à 5,4 N sont très différentes à la fois sur les valeurs et les tendances. Ces profils de rotation ont cependant évolué depuis un état initial identique

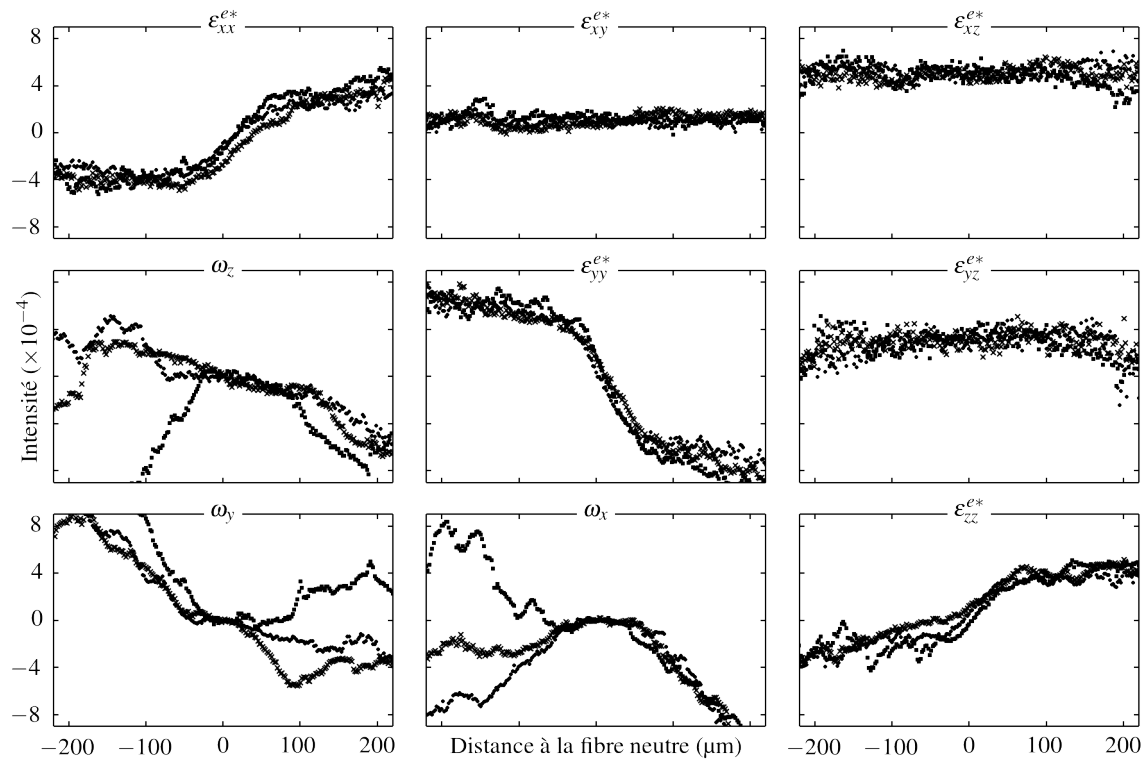


FIGURE 3.8 – Composantes de déformation élastique (ε_{ij}^{e*}) et de rotation (ω_i) mesurées en Laue conventionnel à 5,4 N suivant le profil principal (●) et deux profils espacés dans la direction y de +100 μm (■) et -100 μm (×). En abscisse, on indique la position suivant l'axe x dans le profil et en ordonnée la valeur de la composante (en radians pour les rotations).

à 0 N. L'origine de ce comportement n'est pas clairement identifié. Les différences proviennent certainement de l'arrangement non-homogène des défauts cristallins dans le cristal, responsable à l'état initial des gradients de rotation. Il est également possible que la sous-structure du matériau (sous-grains) présente dans le volume joue un rôle.

La variabilité des valeurs de déformation provenant de la position le long de l'échantillon est de l'ordre de grandeur de l'incertitude de mesure. Aucun gradient de déformation suivant l'axe y n'est détecté. On considère donc que la mesure du profil principal permet de décrire correctement le champ de déformation qui se développe au centre de l'échantillon.

3.2.4 Cohérence des mesures avec le comportement en traction

Nous souhaitons évaluer si les valeurs de déformation élastique mesurées en flexion par Laue-DIC sont compatibles avec le comportement connu du cristal. La réponse mécanique du cristal a déjà été caractérisée par l'intermédiaire d'un essai de traction (cf. section 2.1.3). Pour comparer les réponses en traction et en flexion, on choisit de modéliser le comportement par une loi bi-linéaire à deux paramètres (limite d'élasticité et module d'écrouissage). A priori, cette forme de loi permet de décrire correctement la réponse en traction. En utilisant le modèle analytique de poutre présenté en annexe C, il est démontré ici que la loi bi-linéaire permet aussi de simuler les profils de déformation élastique de l'essai de flexion. On vérifie enfin que le jeu de paramètres identifié sur les résultats de l'essai de flexion permet de décrire la réponse en traction. La cohérence des mesures Laue-DIC est ainsi validée par un jeu de données indépendant.

3.2.4.1 Présentation de la loi de comportement

Le comportement du cristal est représenté par une loi élasto-plastique avec écrouissage. Dans les essais de traction et de flexion auxquels on s'intéresse, le matériau est sollicité en traction uniaxiale. Une loi de comportement scalaire entre les composantes principales de contrainte et de déformation totale est suffisante pour simuler l'essai. En notant y l'axe de la sollicitation, la décomposition additive des déformations et le comportement élastique s'écrivent :

$$\varepsilon_{yy}^t = \varepsilon_{yy}^e + \varepsilon_{yy}^p \quad \text{et} \quad \varepsilon_{yy}^e = \frac{1}{E} \sigma_{yy} \quad (3.3)$$

Le comportement plastique est donné par une loi à écrouissage linéaire :

$$\varepsilon_{yy}^p = \begin{cases} \frac{1}{H} (\sigma_{yy} - \sigma_0) & \text{si } \sigma_{yy} > \sigma_0 \\ 0 & \text{sinon} \\ \frac{1}{H} (\sigma_{yy} + \sigma_0) & \text{si } \sigma_{yy} < -\sigma_0 \end{cases} \quad (3.4)$$

Les paramètres de la loi sont σ_0 , la limite d'élasticité et H , le module d'écrouissage. Le module de Young $E = 102$ GPa est calculé à partir des constantes C_{ij} en tenant compte de l'orientation du monocristal. Une présentation détaillée de cette loi est rapportée en annexe C.1.3.

3.2.4.2 Réponse du modèle analytique de flexion

Un modèle analytique de flexion de poutre a été développé afin de pouvoir identifier le comportement du cristal à partir des profils de déformation élastique mesurés par Laue-DIC. Ce mo-

dèle 1D postule que l'état de contrainte local est uniaxial suivant l'axe long de la poutre. Seules les composantes normales de déformation dans $(\underline{x}, \underline{y}, \underline{z})$ sont non nulles car le cristal cubique est sollicité dans ses axes de symétrie. Par la suite, la composante principale ε_{yy}^{e*} est étudiée. Les composantes ε_{xx}^{e*} et ε_{zz}^{e*} sont liées à ε_{yy}^{e*} par l'effet Poisson.

Le modèle analytique permet de faire le lien entre les grandeurs macroscopiques de l'essai de flexion et les champs locaux. Le comportement du matériau est décrit par la loi bi-linaire. Un tel modèle peut être développé pour notre essai car l'échantillon est un monocristal. Son comportement est donc homogène. La présentation du modèle et de son fonctionnement fait l'objet de l'annexe C. Les données d'entrée du modèle sont rassemblées dans le tableau 3.3. En sortie, les profils de déformation élastique déviatorique et la réponse macroscopique de l'échantillon sont obtenus.

L'essai est simulé en considérant la géométrie expérimentale pour fixer d , l , e et b (cf. figure 2.23). Les paramètres du comportement élastique E et ν sont calculés à partir des constantes d'élasticité du tableau 2.3. La limite d'élasticité σ_0 et le module d'écrouissage H ont été identifiés sur les champs locaux de déformation élastique déviatorique, à partir des données Laue-DIC. La fonction coût a été construite comme une somme de moindres carrés en considérant la distance entre les données Laue-DIC et la prédiction du modèle pour les sept pas de chargement (1 N – 5,4 N). Cette fonction a été minimisée par un algorithme de quasi-Newton (BLGS) à partir des valeurs initiales $\sigma_0 = 50$ MPa et $H = 10$ GPa. Les paramètres identifiés $\sigma_0 = 62$ MPa et $H = 13$ GPa témoignent du comportement attribué au cristal dans l'essai de flexion.

constantes géométriques				élasticité cubique		paramètres identifiés	
d	$\frac{l}{2}$	e	b	E	ν	H	σ_0
8,5 mm	11,5 mm	0,5 mm	4,8 mm	102 GPa	0,39	13 GPa	62 MPa

TABLEAU 3.3 – Valeurs utilisées en entrée du modèle analytique.

La figure 3.9 présente la réponse simulée et expérimentale de l'essai de flexion à l'échelle macroscopique. La courbe simulée est globalement proche des points de chargements étudiés. Sa forme ressemble à celle obtenue loin des points affectés par les interruptions du chargement. Dans la partie élastique, la réponse du modèle est plus raide que la réponse expérimentale. L'écrouissage de la courbe simulée pour des déplacements supérieurs à 400 μm est plus élevé que pour la courbe expérimentale.

La figure 3.10 rassemble l'évolution du profil de déformation ε_{yy}^{e*} avec le chargement. On note le bon accord entre les courbes expérimentales et simulées résultant de la procédure d'identification. Pour les chargements inférieurs à 3,8 N, les points expérimentaux sont situés à moins de $1,6 \times 10^{-4}$ du profil simulé. Pour les chargements supérieurs, cette valeur atteint 3×10^{-4} . Si des différences existent sur le niveau de déformation dans l'échantillon, la position des cassures dans les profils correspondent, à l'exception du chargement 4,6 N.

Les résultats montrent que le modèle, intégrant la loi de comportement bi-linéaire, est capable de décrire correctement la réponse macroscopique de l'échantillon ainsi que l'évolution des champs locaux de déformation élastique déviatorique avec le chargement. Les écarts observés proviennent sans doute de la simplicité du comportement considéré, incapable de prédire par exemple le phénomène de relaxation observé dans la courbe macroscopique. Le modèle, cohérent aux échelles macroscopique et locale, nous permet de vérifier si la limite d'élasticité σ_0 et le

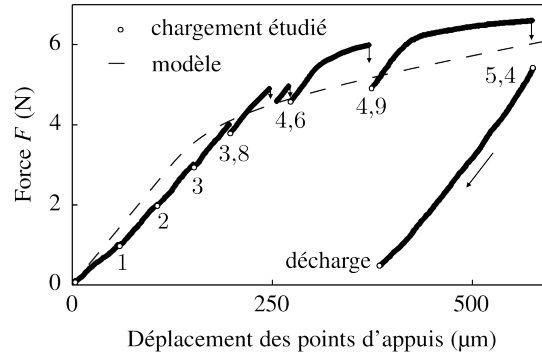


FIGURE 3.9 – Comparaison de la courbe force-déplacement macroscopique simulée par le modèle analytique avec la courbe expérimentale de l’essai de flexion.

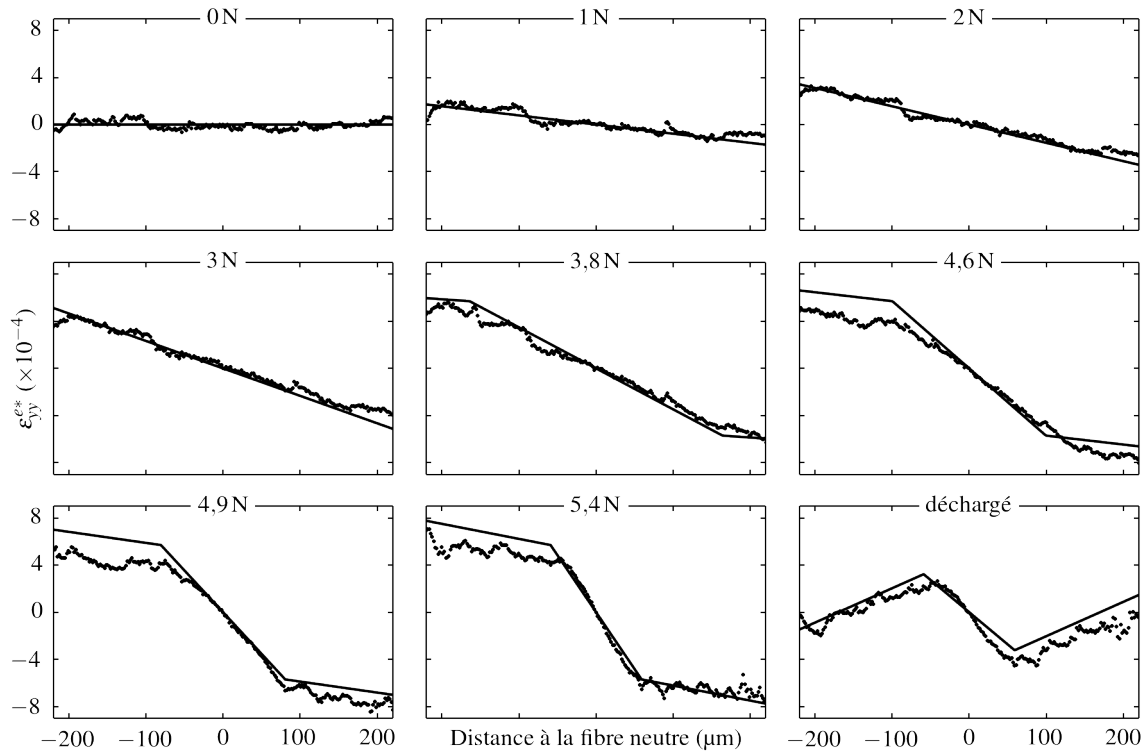


FIGURE 3.10 – Comparaison des profils de déformation élastique déviatorique (ε_{yy}^{e*}) simulés par le modèle analytique pour les neuf niveaux de chargement, avec les mesures Laue-DIC.

module d'écrouissage H identifiés pour représenter au mieux les données de flexion permettent également de décrire le comportement connu en traction du monocristal.

3.2.4.3 Comparaison du comportement en flexion et en traction

En utilisant la limite d'élasticité et le module d'écrouissage identifiés en flexion ($\sigma_0 = 62$ MPa et $H = 13$ GPa), la réponse en traction uniaxiale de la loi de comportement est calculée puis comparée à la courbe de traction expérimentale. La figure 3.11 illustre cette comparaison. Jusqu'à 0,2 % de déformation les points expérimentaux de la courbe de traction sont dispersés autour du comportement bi-linéaire identifié. Au delà, la pente de la courbe expérimentale étant plus faible que la courbe simulée, l'écart augmente avec la déformation.

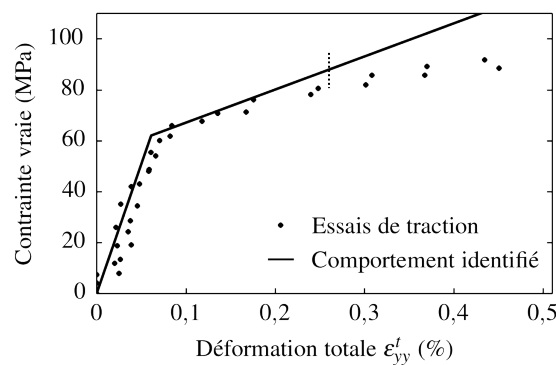


FIGURE 3.11 – Comparaison du comportement expérimental en traction avec la réponse simulée à partir du comportement identifié en flexion. Le trait pointillé indique la déformation maximale subie par le cristal au cours de l'essai de flexion d'après le modèle analytique.

Les résultats de la figure 3.11 montrent que le comportement identifié en flexion prédit le comportement mesuré en traction pour $\varepsilon_{yy}^t < 0,2$ %. Pour des déformations plus importantes, l'écrouissage identifié est trop important par rapport à l'écrouissage réel du matériau. Ces niveaux de déformation n'ont pas été explorés dans l'essai de flexion, puisque la déformation totale maximale au chargement 5,4 N est estimée par le modèle analytique à 0,26 % (trait pointillé de la figure 3.11). L'écart observé est attribué à la forme de la loi bi-linéaire qui n'est pas capable de rendre compte de l'évolution du module d'écrouissage avec le chargement.

L'excellent accord entre le comportement identifié en flexion et celui évalué lors des essais de traction est une preuve que les valeurs de déformation mesurées par Laue-DIC dans la transition élasto-plastique sont cohérentes avec les caractéristiques mécaniques connues du cristal.

Bilan

La qualité des mesures effectuées in-situ pendant l'essai Flex1 a été évaluée. L'objectif est de s'assurer que, à la fin de l'essai, la mesure Laue-DIC du profil de déformation élastique résiduelle est réalisée sans artefacts apparents.

Au cours du chargement, la forme du profil de déformation élastique est caractéristique d'un cristal fléchi dans la transition élasto-plastique. Cette forme est en accord à la fin de l'essai avec la répartition des traces de glissement à la surface de l'éprouvette. Qualitativement, les données sont donc validées. Le choix de la technique relative Laue-DIC, en association avec l'hypothèse

de fibre neutre, est ensuite justifié par rapport à la technique absolue conventionnelle. Il est montré que le profil observé est représentatif du champ de déformation au centre de l'éprouvette. Le comportement du cristal en flexion est identifié à l'aide d'un modèle analytique de poutre. Ce comportement prédit correctement le comportement en traction uniaxiale mesuré par les essais Trac1 et Trac2. Ce résultat conforte la confiance accordée à la mesure Laue-DIC du profil de déformation élastique résiduelle qui est utilisée dans la section suivante.

3.3 Justesse des mesures HR-EBSD et Laue-DIC

L'état résiduel de l'éprouvette déchargée depuis 5,4 N est étudié dans cette section. Dans un premier temps, les valeurs Laue-DIC et HR-EBSD du profil de déformation élastique résiduelle sont comparées. La justesse des mesures est ainsi quantifiée à partir des deux résultats expérimentaux indépendants.

Cette étude souligne également la sensibilité de l'HR-EBSD aux champs de rotations présents autour des traces de glissement en surface de l'échantillon. Il est montré, dans un second temps, que l'étude de ces champs permet de déterminer la nature des plans de glissement activés. Une hypothèse, appuyée par des observations de dislocations dans le MEB, est formulée sur le lien entre le type de dislocations stockées dans ces bandes et l'origine des champs locaux de rotation.

3.3.1 Calcul de la justesse des mesures

La justesse est définie comme la distance entre un groupe de mesures réalisées dans des conditions identiques et la valeur "vraie" de déformation (cf. annexe A). Cette valeur physique est a priori inconnue. Pour la déterminer, notre méthodologie tient compte de deux estimations réalisées par des techniques indépendantes (HR-EBSD et Laue-DIC). Le calcul suppose que la valeur vraie de déformation est comprise entre ces deux estimations. La justesse de chaque mesure est estimée comme la distance à la valeur vraie en tenant compte de l'incertitude sur sa position. Elle est donc inférieure ou égale à la distance entre les estimations HR-EBSD et Laue-DIC.

3.3.1.1 Présentation du profil de déformation élastique résiduelle

Les résultats des mesures Laue-DIC et HR-EBSD du profil de déformation élastique résiduelle sont présentés en figure 3.12. Le profil Laue-DIC déchargé est comparable avec celui mesuré avant la décharge à 5,4 N (cf. figure 3.4). La forme des composantes de rotation est identique, les composantes de cisaillement fluctuent proche de zéro dans un intervalle d'environ $2 \cdot 10^{-4}$. Sur les composantes normales de déformation, un profil en trois segments est observé. La longueur des segments est identique à celle présente dans le profil en charge. La forme de ce dernier est néanmoins différente et son amplitude reste inférieure à $4 \cdot 10^{-4}$.

Les observations Laue-DIC montrent que la décharge de l'éprouvette depuis 5,4 N est élastique : les composantes de rotation n'évoluent pas alors que le profil de déformation normale varie.

Les résultats HR-EBSD sont à la fois plus nombreux (grâce à la meilleure résolution spatiale) et plus dispersés que les résultats Laue-DIC. Les points se répartissent autour de courbes de tendances claires dans un intervalle de l'ordre de $2 \cdot 10^{-4}$. Les tendances sont en accord avec celles observées par Laue-DIC. Comme l'illustre la composante ω_x , les données semblent parfois constituées de groupes de points délimités par un brusque saut de rotation ou de déformation.

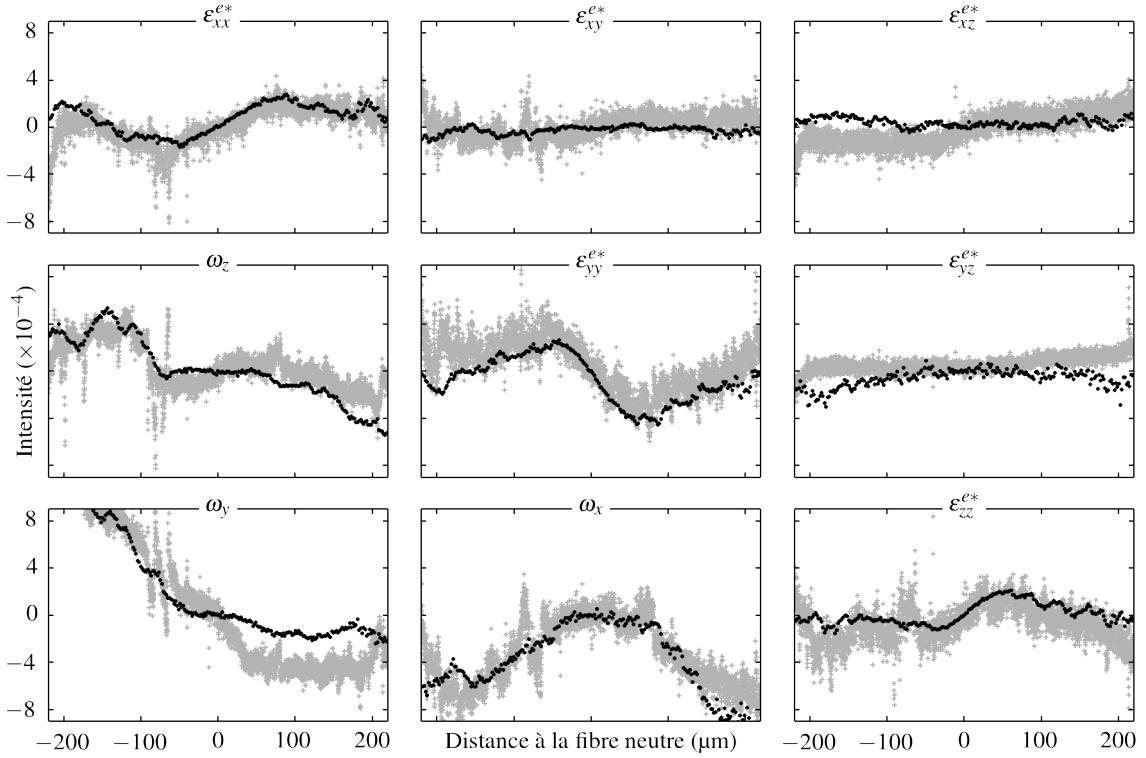


FIGURE 3.12 – Comparaison des mesures HR-EBSD (en gris) et Laue-DIC (en noir) du profil résiduel de déformation élastique (ε_{ij}^{e*}) et de rotation (ω_i). En abscisse, on indique la position suivant l'axe \underline{x} dans le profil et en ordonnée la valeur de la composante (en radians pour les rotations). Ces valeurs sont relatives à l'état du point de référence, sélectionné au centre du profil.

La dispersion des données HR-EBSD est en accord avec la fidélité de la technique (10^{-4}). L'origine des sauts de rotation et de déformation dans les profils provient de la sensibilité des mesures à la présence de traces de glissement. Cet aspect est détaillé dans la section 3.3.2. Afin de calculer la distance avec le profil Laue-DIC, les données HR-EBSD sont lissées pour en extraire la tendance moyenne.

3.3.1.2 Estimation de l'écart entre les profils

Les données HR-EBSD sont lissées à l'aide d'une moyenne glissante sur 300 points ($30\text{ }\mu\text{m}$). Le profil moyen obtenu est ensuite ré-échantillonné tous les deux microns, aux coordonnées en x des données Laue-DIC. Un exemple du résultat de cette procédure est présenté dans la figure 3.13. L'écart type des données autour du profil moyen est inférieur à 10^{-4} pour toutes les composantes de déformation.

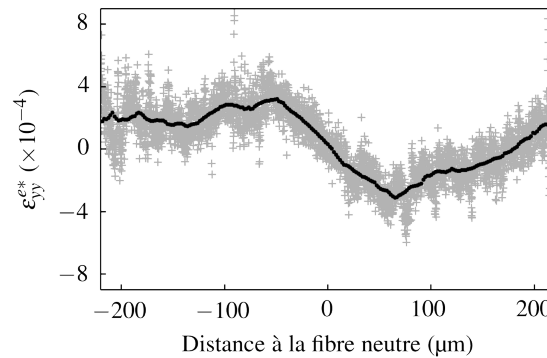


FIGURE 3.13 – Exemple de lissage et ré-échantillonnage des données HR-EBSD. Le profil moyen (en noir) est calculé comme la moyenne glissante sur 300 points de données (en gris).

Le calcul de la distance entre les profils HR-EBSD et Laue-DIC (cf. figure 3.14) est maintenant réalisé en distinguant la zone sollicitée dans le domaine élastique ($-60\text{ }\mu\text{m} < x < 60\text{ }\mu\text{m}$) et les zones plastifiées pour ($x < -60\text{ }\mu\text{m}$ et $x > 60\text{ }\mu\text{m}$). Dans la zone élastique, la distance moyenne pour les composantes de déformation est inférieure à $0,75 \times 10^{-4}$. Le tableau 3.4 rassemble les valeurs de distance moyenne dans les parties plastifiées. L'écart maximum atteint est $3,2 \times 10^{-4}$ pour la composante principale ε_{yy}^{e*} .

ε_{xx}^{e*}	ε_{xy}^{e*}	ε_{yy}^{e*}	ε_{yz}^{e*}	ε_{xz}^{e*}	ε_{zz}^{e*}
1,48	1,48	3,18	3,00	2,61	2,14

TABLEAU 3.4 – Distance moyenne entre le profil Laue-DIC et le profil lissé HR-EBSD, dans les zones plastifiées ($\times 10^{-4}$). Cette distance est assimilée à la justesse des mesures de déformation.

3.3.1.3 Discussion autour de la justesse des mesures

Afin de calculer la justesse des mesures, il est nécessaire de déterminer la valeur “vraie” du profil de déformation observé. Les profils moyens Laue-DIC et HR-EBSD sont deux estimations indépendantes de cette valeur. Le bon accord entre ces estimations montre qu'il est fortement

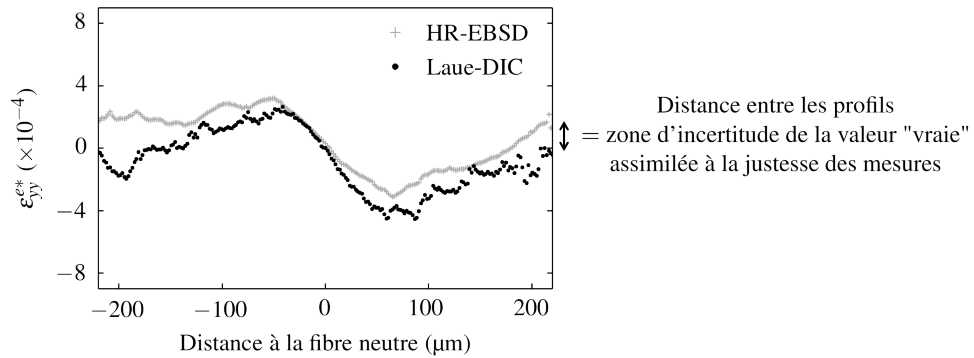


FIGURE 3.14 – Estimation de la justesse des mesures par la calcul de la distance entre les profils HR-EBSD (lissé) et Laue-DIC.

probable que les mesures soient proches de la valeur vraie. Il semble également exclu que les deux estimations aient un biais commun car les valeurs Laue-DIC sont en accord avec le comportement connu par ailleurs du matériau (cf. section 3.2.4). On postule donc une hypothèse simple qui consiste à considérer que la valeur vraie est contenue entre les deux estimations.

Les caractéristiques des deux techniques étant différentes, l'état de déformation mesuré n'est a priori pas identique. En particulier, la profondeur analysée par le rayonnement X (40 μm) est très supérieure à celle du faisceau électronique (25 nm). Cependant, dans notre cas de flexion pure, l'état de contrainte dans l'échantillon est uniaxial suivant l'axe y . La sollicitation est compatible avec la condition de contrainte plane imposée par la surface ($\sigma_z = 0$). Le champ de déformation est constant dans un plan yz : il n'y a pas de gradient de déformation sous la surface selon la direction des faisceaux incidents. Dans un cas général, les mesures Laue-DIC et HR-EBSD peuvent donner des résultats différents.

Pour s'approcher du type d'information acquise par Laue-DIC, il a été nécessaire d'utiliser une valeur moyennée des données HR-EBSD. L'opération de lissage permet de s'affranchir de la dispersion aléatoire ($\pm 10^{-4}$) des points liée à la fidélité intrinsèque de la méthode. De plus, le lissage permet de rendre compte du champ de déformation à l'échelle du micron car les mesures individuelles à l'échelle nanométrique sont affectées par les champs locaux de rotation et de déformation (e.g. autour des bandes de glissement). Les différences sur les profils de rotation mesurés par HR-EBSD et Laue-DIC reflètent probablement une désorientation d'origine physique en lien avec la sous-structure en profondeur.

La justesse des mesures HR-EBSD et Laue-DIC est estimée comme la distance moyenne des données à la valeur vraie dans les parties plastifiées. On tient compte de l'incertitude sur la position de la valeur vraie, considérée contenue entre les estimations HR-EBSD et Laue-DIC pour la calculer. En suivant ce raisonnement, la justesse des mesures est identique pour les deux techniques. Elle est inférieure ou égale à la distance entre les estimations HR-EBSD et Laue-DIC. La justesse dépend donc de la composante de déformation (cf. tableau 3.4). Elle est inférieure à $3,2 \times 10^{-4}$.

3.3.2 Identification par HR-EBSD des plans de glissement activés

Dans cette section, nous établissons un lien entre les sauts de rotation observés dans le profil HR-EBSD et la nature des traces de glissement. L'objectif est d'utiliser les mesures HR-EBSD pour déterminer les plans de glissement activés par la plasticité.

La comparaison des mesures de déformation élastique résiduelle (cf. figure 3.12) a permis de souligner le caractère haché du profil HR-EBSD. Ce caractère est particulièrement visible sur les composantes de rotation : le profil est constitué de groupes de points séparés par des sauts de rotation. En comparant la position des intersections entre le profil et les traces de glissement, il apparaît que ces sauts coïncident avec la présence des traces de glissement. Cette corrélation est illustrée par la figure 3.15.

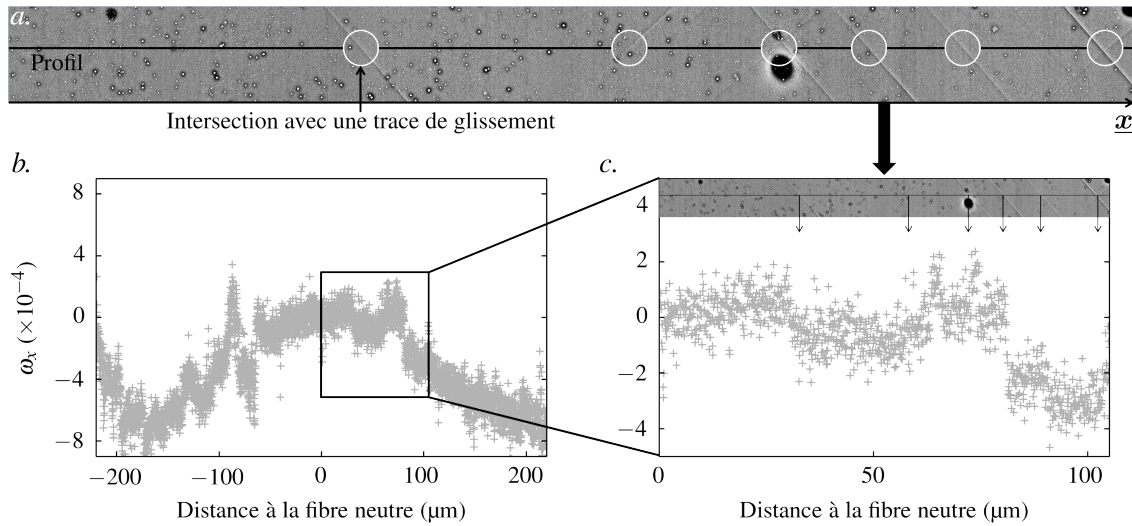


FIGURE 3.15 – Mise en regard des sauts de rotation du profil HR-EBSD avec l’observation des traces de glissement. *a.* Détection de l’intersection entre le profil et les traces de glissement observées par contraste cristallin. *b.* Composante ω_x du profil de déformation élastique résiduelle. *c.* Les sauts de rotations coïncident avec les intersections entre le profil et les traces de glissement.

Les mesures HR-EBSD sont sensibles à la présence des traces de glissement car la taille du volume diffractant est de l’ordre de grandeur de la largeur des traces (quelques dizaines de nanomètres). Dans le cas du Laue-DIC, la pénétration des rayons X permet seulement d’obtenir une information moyennée en profondeur sur environ 40 μm .

Dans l’essai Flex1, nous ne pouvons pas déterminer les systèmes activés par une simple observation des traces. Comme le cristal est sollicité dans ses axes de symétrie, la sollicitation se répartit a priori de manière équitable sur 4 plans de glissement. En surface, deux plans peuvent produire la même trace. Par conséquent, la nature du plan activé ne peut être déterminée à partir de la direction de la trace. Le nombre de systèmes actifs est une donnée expérimentale de première importance pour estimer les paramètres de loi de comportement à base physique.

3.3.2.1 Sauts de rotation et traces de glissement

Une cartographie HR-EBSD a été réalisée autour du profil afin d’étudier le lien entre les sauts de rotation et la présence des traces de glissement, dans la partie en compression de la poutre (figures 3.16 et 3.17).

La figure 3.16 présente la composante de rotation ω_x de cette cartographie en superposition de l’image en contraste cristallin des traces de glissement. Des changements brusques d’intensité de l’ordre de 10^{-4} sont observés à l’échelle de la cartographie. Point à point, des écarts impor-

tants sont également visibles avec une amplitude d'environ $2 \cdot 10^{-4}$. Des traces de glissement sont systématiquement détectées dans les directions des sauts d'intensité.

Les écarts point à point sont attribués à la dispersion naturelle des résultats en accord avec la fidélité de la technique HR-EBSD. À l'échelle de la cartographie, les observations de la figure 3.16 démontrent la correspondance spatiale entre les traces de glissement et les sauts de rotations.

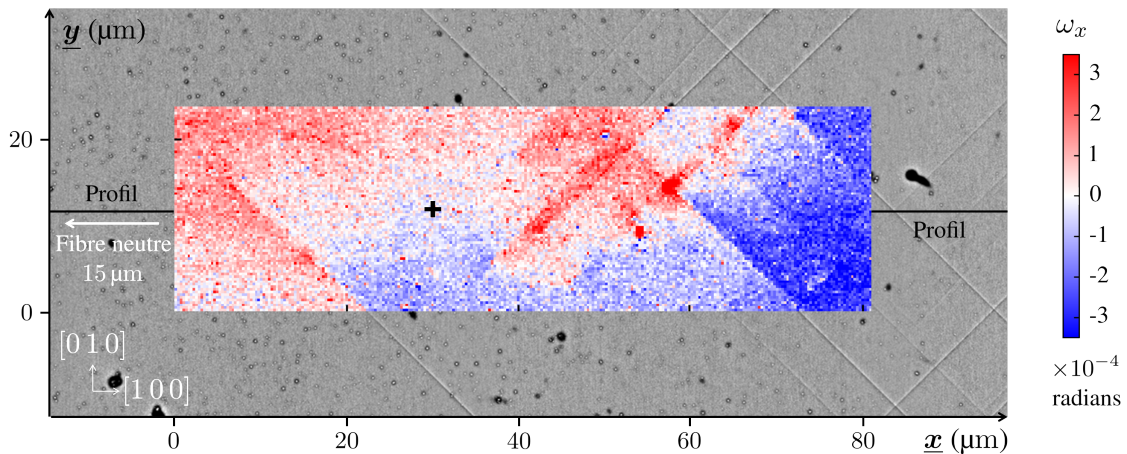


FIGURE 3.16 – Position de la cartographie HR-EBSD utilisée pour étudier les traces de glissement à la surface de l'éprouvette. La composante de rotation ω_x est superposée à une image en contraste cristallin. Le point de référence dans la cartographie est indiqué par une croix.

La figure 3.17 présente les trois composantes de rotation exprimées dans le repère (x, y, z) de la cartographie. Des sauts de rotation existent dans chacune des composantes mais leur position et leur intensité varient suivant la composante observée. Les caractéristiques du saut de rotation semblent donc dépendre de la trace de glissement à laquelle il est associé.

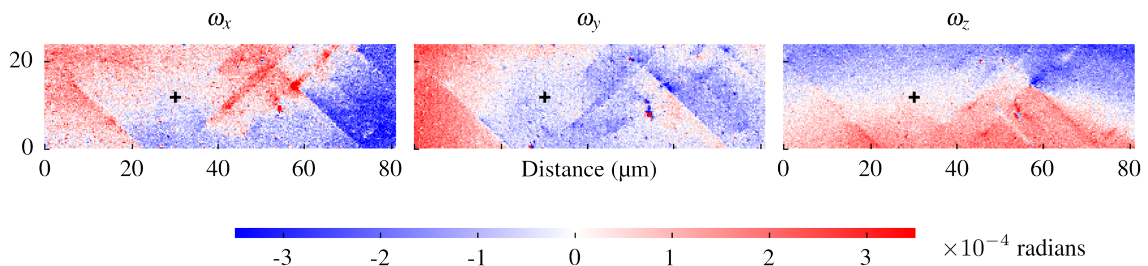


FIGURE 3.17 – Composantes de rotation de la cartographie HR-EBSD utilisée pour étudier les traces de glissement. Le point de référence pour les mesures est indiqué par une croix.

Afin d'établir le lien entre le saut de rotation et la nature de la trace de glissement trois traces (T_1 , T_2 et T_3) sont sélectionnées dans la cartographie. En observant attentivement la figure 3.18, on note que T_1 est quasiment perpendiculaire à T_2 et T_3 . Par ailleurs T_2 et T_3 ne sont pas strictement parallèles.

Ces traces appartiennent a priori à des plans différents. Théoriquement, comme les axes du cristal sont alignés avec ceux de l'éprouvette, deux plans peuvent produire exactement la même trace en surface. En réalité, le monocristal est désorienté par rapport aux axes de l'éprouvette

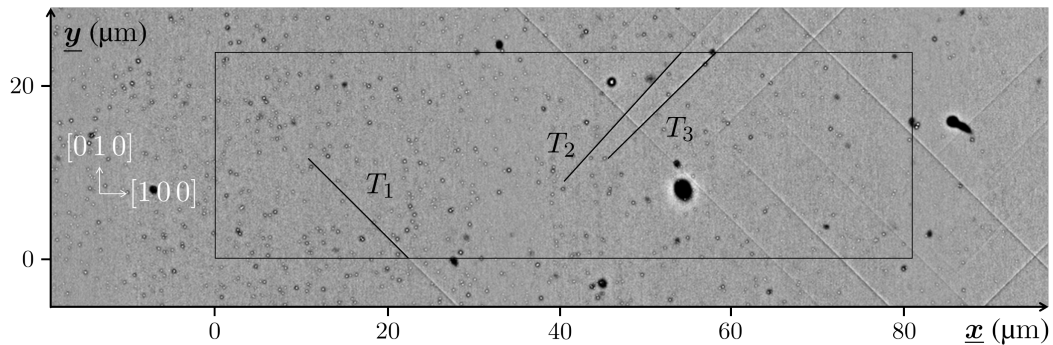


FIGURE 3.18 – Position des traces de glissement T_1 , T_2 et T_3 dans la cartographie.

d'environ 3° . La surface ne coupe pas exactement le cristal parallèlement à un plan de symétrie et les traces de deux plans symétriques ne sont donc pas rigoureusement parallèles. L'angle entre T_2 et T_3 laisse présager que ces deux traces proviennent de plan de glissement différents.

Les plans de glissement associés aux traces T_1 , T_2 et T_3 sont déterminés dans la section suivante. Le lien entre la rotation observée par HR-EBSD et une direction particulière du plan est établi ensuite.

3.3.2.2 Détermination des plans de glissement activés

La détermination des plans de glissement associés à T_1 , T_2 et T_3 est réalisée en utilisant la technique de microscopie électronique à balayage ECCI¹. Cette technique, dont le principe est rappelé en annexe D, est utilisée pour observer les dislocations présentes dans les traces de glissement. Les dislocations provoquent un contraste dans les images ECCI qui renseigne sur leur position sous la surface de l'échantillon sur quelques nanomètres. Cette information en profondeur est utilisée pour lever l'ambiguïté sur l'orientation du plan à l'origine de la trace. La technique permet également de déterminer le vecteur de Burgers des dislocations.

La figure 3.19 présente les images ECCI des traces de glissement obtenues avec le faisceau électronique en condition de deux ondes sur le plan (010). Chaque image est centrée sur une trace de glissement. L'intensité moyenne est différente de part et d'autre de la trace. Un motif en nid d'abeilles, de faible intensité, est présent dans toute l'image. Des points très intenses espacés régulièrement sont observés sur la trace. Un contraste rectiligne, déclinant en intensité, est associé à chaque point intense. Pour T_1 , ce contraste est parallèle à l'axe y déclinant depuis la trace vers le haut de l'image. Pour T_2 , le contraste est parallèle à l'axe y déclinant depuis la trace vers le bas de l'image. Pour T_3 , le contraste est perpendiculaire à la trace déclinant vers le haut de l'image. La direction et le sens de disparition du contraste sont identiques pour tous les points d'une trace particulière.

La différence d'intensité moyenne entre les deux moitiés des images témoigne de la désorientation qui existe entre les réseaux cristallins de part et d'autre de la trace. Des observations en électrons secondaires à faible tension d'accélération ont montré que le motif en nid d'abeilles provient d'une couche d'oxyde formée en surface. Les contrastes localisés, régulièrement espacés sur les traces, sont caractéristiques de la présence de dislocations.

1. ECCI : Electron Channelling Contrast Imaging

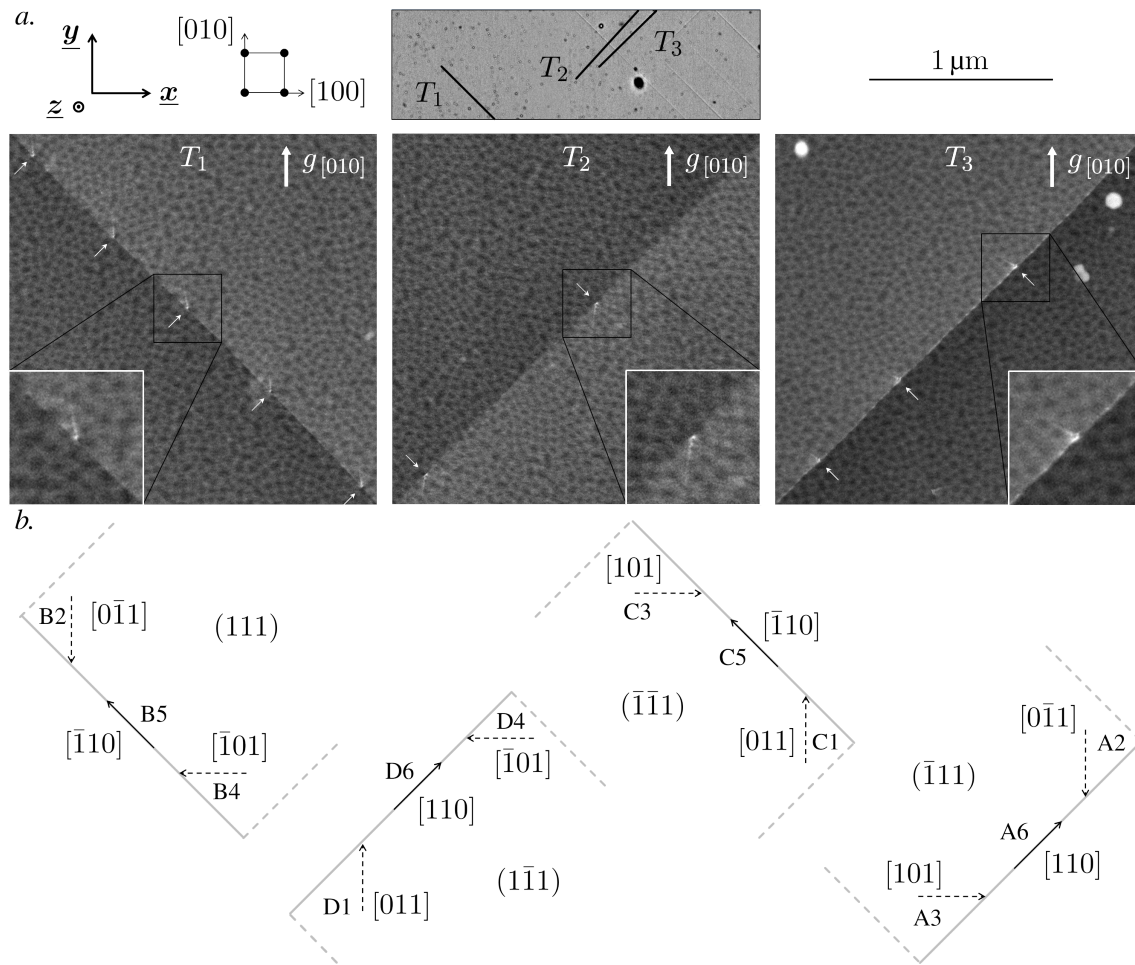


FIGURE 3.19 – *a.* Observation par ECCI des traces de glissement T_1 , T_2 et T_3 . Les flèches blanches indiquent la présence d’une dislocation dont le contraste caractéristique est présenté en médaillon. Les images sont réalisées avec un vecteur diffraction $\underline{g} = [010]$. *b.* Représentation des directions cristallines associées aux systèmes de glissement, vues en projection sur la surface de l’échantillon.

Afin d'interpréter les contrastes associés aux dislocations, une représentation schématique des systèmes de glissement (à proximité de la surface) est proposée dans la figure 3.19. Dans cette représentation, les traits pointillés symbolisent une direction située en profondeur, projetée sur la surface. Le schéma reproduit la vision obtenue en ECCI des directions caractéristiques du cristal.

Pour une dislocation et une condition d'imagerie données, l'intensité du signal dépend de la profondeur à laquelle la dislocation se trouve sous la surface. Plus la dislocation est proche de la surface et plus l'intensité est élevée. Le point très intense correspond donc à l'émergence de la dislocation sur la surface. L'intensité diminue à mesure que la dislocation s'enfonce dans le cristal. Le contraste déclinant représente donc la projection de la ligne de dislocation en surface. Ce contraste disparaît lorsque la dislocation se situe plus profondément que la hauteur de la poire d'interaction du faisceau électronique.

Les observations de la figure 3.19 permettent de déterminer la nature des plans activés. Les dislocations émergent systématiquement sur la trace, elles sont donc contenues dans le plan de glissement. Pour chaque plan, nous disposons donc de la direction de la trace et de la projection d'une direction supplémentaire du plan (le vecteur ligne des dislocations). Ces deux informations sont suffisantes pour déterminer quel plan est à l'origine des traces. La trace T_1 est associée à un plan (111) car les dislocations s'enfoncent dans le cristal à droite de la trace. La trace T_2 est associée à un plan ($\bar{1}\bar{1}1$) car les dislocations disparaissent à droite de la trace. La trace T_3 est associée à un plan ($\bar{1}11$) car le contraste s'éteint à gauche de la trace.

3.3.2.3 Caractère des dislocations contenues dans les traces

La technique ECCI permet de formuler une hypothèse sur le caractère des dislocations contenues dans les traces. Il est important de caractériser ces dislocations car leur présence est à l'origine des sauts de rotation observés.

Dans la figure 3.19, le sens de disparition du contraste renseigne sur le vecteur ligne \underline{l} des dislocations. D'après la projection sur la surface, le vecteur ligne des dislocations D_1 de T_1 est probablement dans la direction $[0\bar{1}1]$. Celui des dislocations D_2 de T_2 est cohérent avec la direction $[011]$. La ligne des dislocations D_3 de T_3 n'est pas liée à une direction de glissement. Sa projection en surface, perpendiculaire à la trace, est compatible avec la direction $\underline{l} = [1\bar{1}2]$ du plan ($\bar{1}11$).

En faisant varier les conditions de diffraction, le vecteur de Burgers \underline{b} peut également être étudié. La figure 3.20 présente le contraste obtenu pour un même groupe de dislocations en utilisant trois vecteurs de diffraction \underline{g} différents. Des figures de diffraction SACP² sont utilisées pour ajuster la position de l'échantillon dans le microscope de manière à adapter les conditions de diffraction. Le contraste associé aux dislocations varie en fonction des conditions d'imagerie. Les dislocations sont cependant visibles partout excepté pour D_1 et D_2 en utilisant $\underline{g}_{[\bar{1}00]}$.

Afin de caractériser \underline{b} , on rappelle le critère d'extinction pour les dislocations vis et coin [167] :

$$\text{dislocation vis : } \underline{g} \cdot \underline{b} = 0 \quad \text{dislocation coin : } \underline{g} \cdot \underline{b} = 0 \quad \text{et} \quad \underline{g} \cdot (\underline{b} \wedge \underline{l}) = 0$$

Pour que les dislocations soient glissiles dans leur plan de glissement, il faut que D_1 et D_2 aient un caractère vis et D_3 un caractère coin avec $\underline{b} = [110]$. Les contrastes de la figure 3.20 sont en accord avec cette hypothèse. Les dislocations D_1 et D_2 sont visibles avec $\underline{g} = [010]$ et $\underline{g} = [\bar{1}10]$. Dans ces cas d'imagerie, le critère d'extinction n'est pas respecté. Aucun contraste lié à D_1 ou D_2 n'est observé avec $\underline{g} = [\bar{1}00]$ lorsque $\underline{g} \cdot \underline{b} = 0$. Un contraste autour de D_3 est présent pour

2. SACP : Selected Area Channelling Patterns

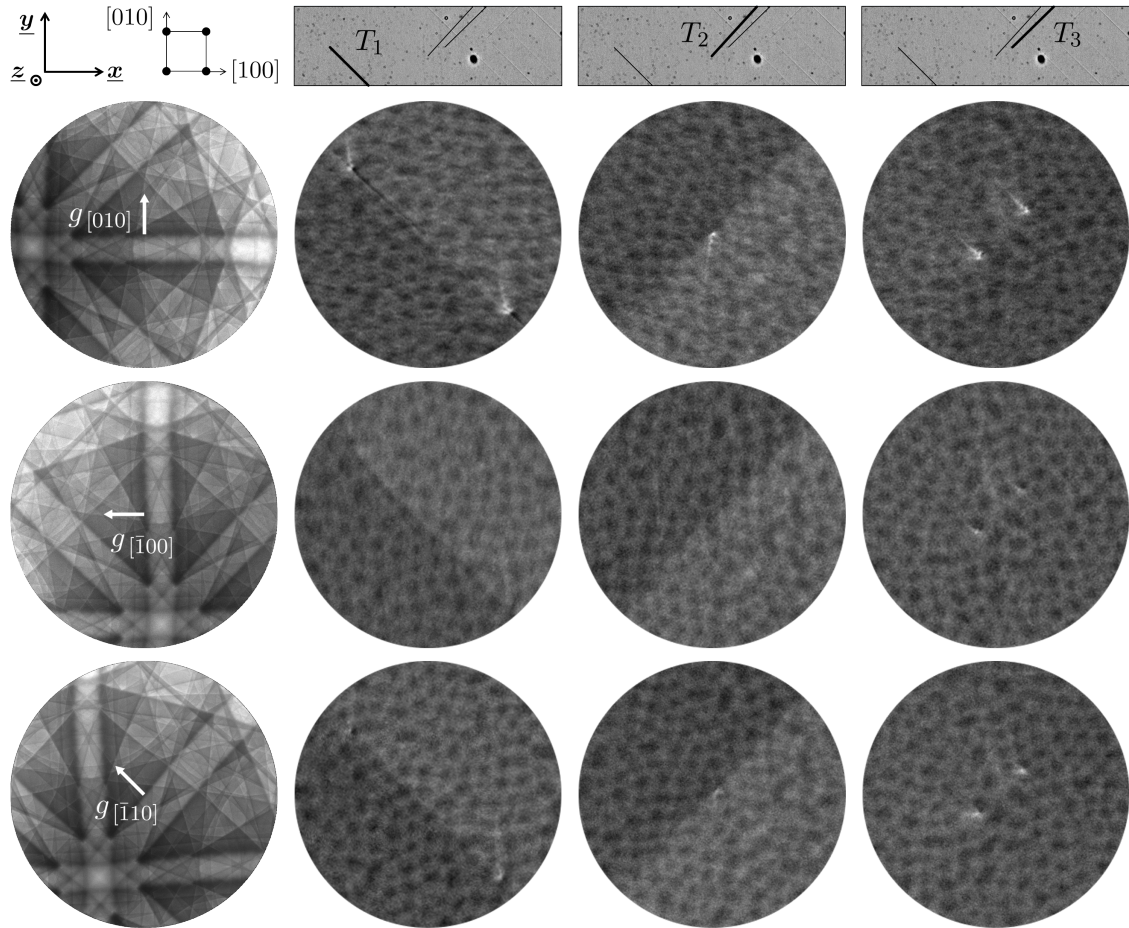


FIGURE 3.20 – Variation du contraste autour de dislocations dans les traces T_1 , T_2 et T_3 en fonction du vecteur diffraction employé. La colonne de gauche présente la figure de diffraction SACP utilisée pour ajuster les conditions de diffraction. Les colonnes de droite rassemblent les détails d’images ECCI d’un même groupe de dislocation. Le diamètre du champ observé est de 730 nm.

les trois vecteurs de diffraction utilisés, en accord avec la théorie puisque ces vecteurs de diffraction ne sont pas censés provoquer une extinction. Pour $\underline{g} = [\bar{1}10]$, la condition $\underline{g} \cdot \underline{b} = 0$ est respectée, néanmoins $\underline{g} \cdot (\underline{b} \wedge \underline{l}) \neq 0$. Dans le cas de D_3 , la condition d'extinction requiert d'utiliser $\underline{g} = [1\bar{1}2]$ pour réaliser l'image. Cette direction nécessite d'incliner l'échantillon de 35° dans une position inaccessible avec la configuration d'imagerie ECCI. Le caractère coin des dislocations D_3 est donc validé de manière indirecte.

Les informations collectées sur les traces T_1 , T_2 et T_3 sont rassemblées dans le tableau 3.5.

Trace de glissement	T_1	T_2	T_3
Plan associé	B : (111)	D : ($\bar{1}\bar{1}1$)	A : ($\bar{1}11$)
Caractère des dislocations	vis $\underline{l} = [0\bar{1}1]$ $\underline{b} = [0\bar{1}1]$	vis $\underline{l} = [011]$ $\underline{b} = [011]$	coin $\underline{l} = [1\bar{1}2]$ $\underline{b} = [110]$

TABLEAU 3.5 – Caractéristiques des traces de glissement déterminées par les observations ECCI.

3.3.2.4 Le saut de rotation a lieu autour de la normale au plan de glissement

Les plans de glissement à l'origine des traces T_1 , T_2 et T_3 étant identifiés, nous établissons maintenant une relation entre le saut de rotation détecté par HR-EBSD et la nature du plan. La désorientation au franchissement de chaque trace, notée \underline{R} , est calculée en plusieurs endroits. L'axe de cette rotation, \underline{r} , est ensuite projeté sur les directions caractéristiques du plan. Cette opération permet de détecter une corrélation entre l'axe de la rotation et une direction caractéristique du plan cristallin.

Les couples de positions utilisés pour calculer \underline{R} sont reportés dans la figure 3.21. Ces couples sont espacés régulièrement le long de la trace et sélectionnés loin des régions où plusieurs plans s'intersectent. Ils sont ordonnés suivant l'axe \underline{x} croissant. En raison de la dispersion naturelle des mesures HR-EBSD, il est impossible de calculer \underline{R} directement point à point. Pour chaque position, l'orientation moyenne est d'abord évaluée autour du point dans un noyau de 13 points de mesures (troisième voisin). Dans le noyau, les points dont l'orientation dévie de l'orientation moyenne de plus de $0,01^\circ$, soit deux fois la dispersion naturelle des mesures, sont considérés comme aberrants. On attribue ces valeurs aberrantes à la présence en surface de particules de pollution accumulées lors de l'essai synchrotron. L'orientation dans le noyau est donc recalculée après élimination de 1 à 2 points aberrants. Le vecteur \underline{R} est enfin déterminé comme la désorientation entre les orientations moyennes respectives du couple de positions.

En projetant l'axe \underline{r} de la rotation \underline{R} associée à une trace sur les directions caractéristiques du plan correspondant, il apparaît que \underline{r} est fortement corrélé avec la normale \underline{n} au plan. Ainsi le produit $\underline{r} \cdot \underline{n}$ est généralement supérieur à 90 %. En conséquence, la projection de \underline{r} sur une direction du plan donne une valeur inférieure à 40 %.

Cette corrélation est également vérifiée dans un cas moins favorable, en projetant \underline{r} sur les normales (non orthogonales) aux quatre plans de glissement potentiels. Comme en témoignent les valeurs du tableau 3.6, le saut de rotation autour de T_1 est bien détecté suivant la normale \underline{n}_B au plan B, celui de T_2 autour de \underline{n}_D et T_3 autour de \underline{n}_A . Le comportement singulier du dernier couple associé à T_2 n'est pas expliqué. Il est à noter cependant que les valeurs de désorientation calculées ici sont liées à une grande incertitude car l'étude est réalisée sur des rotations détectées en limite de résolution de la technique HR-EBSD.

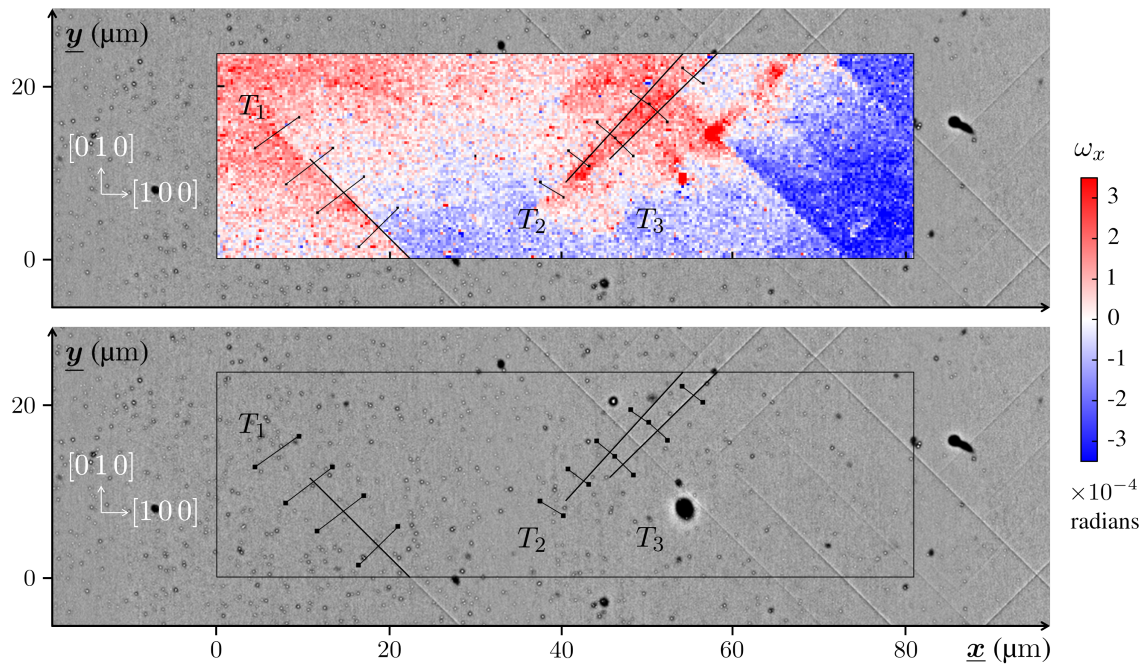


FIGURE 3.21 – Couples de positions utilisées pour calculer le vecteur de désorientation associé à la traversée d’une trace de glissement.

Trace de glissement	Angle ($\times 0.01^\circ$)	$\underline{r} \cdot \underline{n}_A$ (%)	$\underline{r} \cdot \underline{n}_B$ (%)	$\underline{r} \cdot \underline{n}_C$ (%)	$\underline{r} \cdot \underline{n}_D$ (%)
T_1	0,79	74	87	10	3
	0,73	49	91	49	7
	0,86	41	93	54	2
	1,06	46	97	37	14
T_2	0,97	52	42	2	93
	1,13	34	67	16	85
	0,53	16	59	19	95
	0,62	12	89	48	53
T_3	0,76	96	7	44	43
	0,73	98	17	34	45
	0,64	90	1	65	26

TABLEAU 3.6 – Corrélation entre la désorientation évaluée pour les couples de positions de la figure 3.21 et la normale \underline{n} aux plans de glissement. L’angle de la rotation \underline{R} est reporté, ainsi que la projection de l’axe \underline{r} avec la normale aux plans A ($\bar{1}11$), B (111), C ($\bar{1}\bar{1}1$) et D ($1\bar{1}1$).

3.3.2.5 Hypothèses sur l'origine du phénomène

La présence d'une rotation autour de la normale au plan de glissement est un caractère commun aux traces T_1 , T_2 et T_3 . Nous explorons ici une hypothèse de modélisation pour comprendre son origine.

Considérons une trace, c'est-à-dire l'intersection d'un plan de glissement avec la surface de l'échantillon. La situation est illustrée par la figure 3.22. Dans le plan de normale \underline{n} , un système est activé et une famille de dislocations se déplace. À l'émergence de chaque dislocation, on assiste à un déplacement discret des atomes de surface suivant la direction du vecteur de Burgers \underline{b} . Une marche est donc créée entre les deux lèvres notées 1 et 2 de la trace. Pour une longueur de trace ΔL , comme toutes les dislocations sont du même type, un déplacement $N \underline{b}$ est observé. La composante suivant la normale à la surface \underline{s}_1 , $N(\underline{b} \cdot \underline{s}_1)$ va être à l'origine d'un angle apparent θ entre les deux lèvres de la trace.

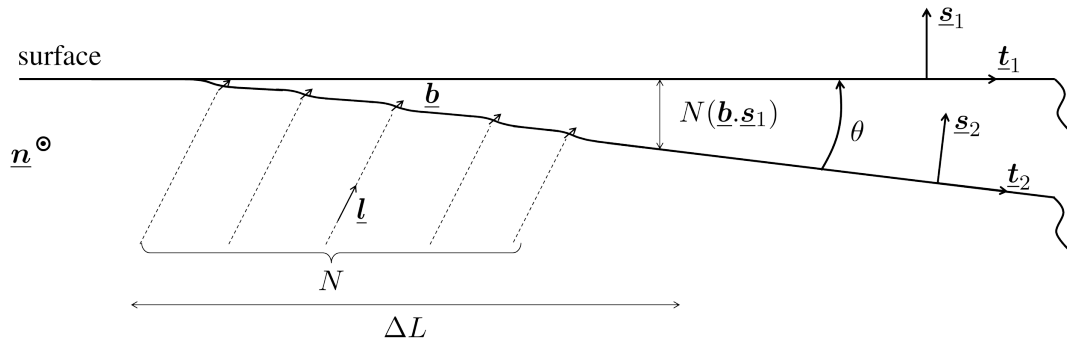


FIGURE 3.22 – Présence de dislocations émergentes en surface dans une trace de glissement.

Dans le cristal, de part et d'autre du plan, la variation de la position de la surface ne peut pas être accommodée par des déplacements discrets d'atomes en l'absence de défaut. Le réseau se déforme de manière élastique et la partie antisymétrique de cette transformation est interprétée comme une rotation. Comme la déformation vise à accommoder l'angle θ entre les deux lèvres de la trace, il est compréhensible que la rotation se développe principalement autour de la normale au plan.

Le modèle permet d'expliquer correctement la situation des traces T_1 et T_2 . Considérons la relation :

$$\theta \simeq \tan \theta = \frac{N(\underline{b} \cdot \underline{s}_1)}{\Delta L} \quad (3.5)$$

Pour un angle observé de $0,01^\circ$, en tenant compte de la direction du vecteur de Burgers rappelée dans le tableau 3.5 et avec $||\underline{b}|| = 0,254 \text{ nm}$, la distance entre dislocations est évaluée à $1,03 \mu\text{m}$. Cette distance est en bon accord avec l'ordre de grandeur des distances observées dans les images de la figure 3.19.

Une situation alternative envisagée pour expliquer la présence de rotation autour de la normale au plan avec un arrangement de dislocations vis est le joint de twist. Cette proposition a été écartée car le joint nécessite au minimum deux types de dislocations et seulement un type est observé dans la trace.

La modèle échoue à expliquer la situation de la bande T_3 . Dans ce cas le produit $\underline{b} \cdot \underline{s}_1$ est nul et l'arrangement des dislocations coins n'est pas censé produire de rotation. L'origine de la

rotation dans ce cas est inconnue. Une solution envisageable est la présence de dislocations supplémentaires dans la trace dont le vecteur ligne est parallèle à celle-ci. Ces dislocations, difficiles à détecter sont peut-être à l'origine des contrastes observés sur la trace comme en témoigne le médaillon de la figure 3.19.

3.3.2.6 Caractère prédictif des données HR-EBSD

En supposant que pour toutes les traces, une rotation en surface est détectée autour de la normale au plan de glissement, la cartographie HR-EBSD peut être utilisée pour détecter ces traces. La figure 3.23 présente la projection de la cartographie de rotation autour des normales aux quatre plans de glissement potentiels. Pour chaque plan p , la composante $\underline{\omega} \cdot \underline{n}_p$ est représentée, avec $\underline{\omega}$ le vecteur rotation associé à $\underline{\omega}$ (cf. section 1.1.4.2). Pour chaque projection, des changements soudains dans la répartition de l'intensité mettent en évidence des éléments rectilignes. Ces éléments sont orientés suivant une seule direction et correspondent à une trace observée en surface.

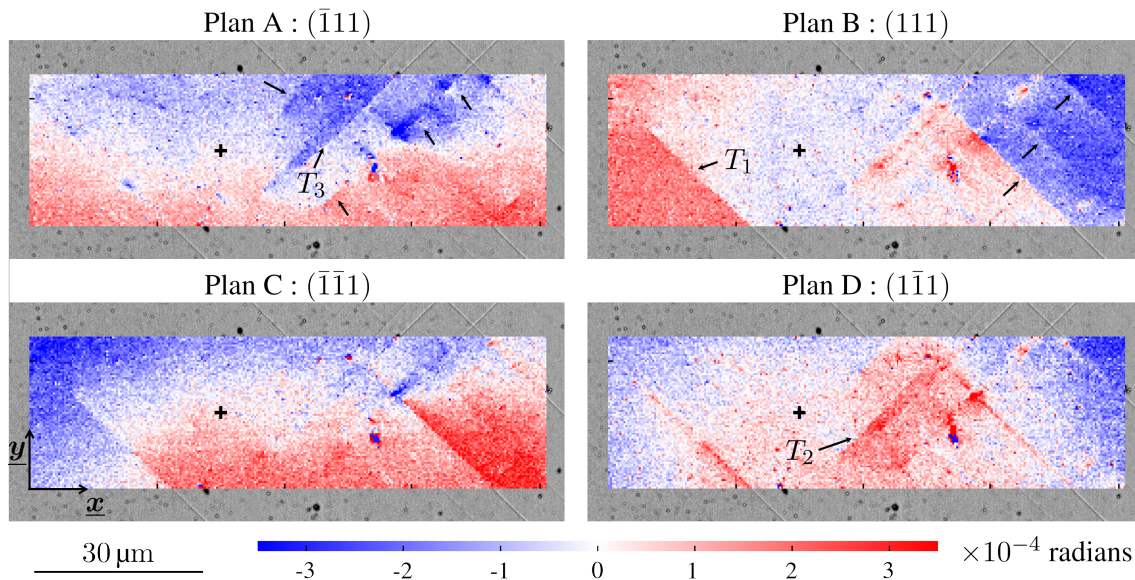


FIGURE 3.23 – Projection de la cartographie HR-EBSD sur les normales aux plans de glissement permettant de détecter les traces. Pour chaque plan p , la composante $\underline{\omega} \cdot \underline{n}_p$ est représentée. Le point de référence pour les mesures est indiqué par une croix. Les flèches pointent vers des sauts d'intensité caractéristiques de traces de glissement.

La représentation de la figure 3.23 permet de détecter les traces de glissements associées à chaque plan de glissement. Ainsi la trace T_1 est détectée sur le plan B, T_2 sur le plan D et T_3 sur le plan A. Des traces supplémentaires sont révélées, associées principalement aux plans A et B. Il est à noter que comme les plans ne sont pas orthogonaux, chaque trace produit un contraste non nul sur les autres plans. Ce phénomène est mis en évidence sur la cartographie associée au plan C dans laquelle les traces du plan B sont visibles. Dans les cas ambigus, il est nécessaire d'étudier les valeurs de désorientation locale suivant la méthode de la section 3.3.2.4.

À partir des informations de la cartographie HR-EBSD, il est donc possible d'identifier les plans de glissement activés. Cette étude montre que la technique permet plus généralement d'étudier les mécanismes de la plasticité à l'échelle des structures de dislocations. Une détection plus

performante des phénomènes est attendue en l'absence de pollution de surface (due au déroulement de l'essai synchrotron) qui perturbe ici les mesures. La présence d'une rotation orientée suivant la normale au plan, attribuée à l'émergence en surface de dislocations glissiles, semble être un caractère général de ces traces.

Bilan

La justesse des techniques HR-EBSD et Laue-DIC a été déterminée en comparant les deux mesures indépendantes du profil de déformation résiduelle. D'après les résultats de la section 3.2, l'évaluation Laue-DIC du profil est fiable et sans biais. Le bon accord entre cette évaluation et les résultats HR-EBSD montre que la valeur "vraie" des déformations du profil semble avoir été correctement appréciée. L'écart des mesures à cette valeur "vraie", en tenant compte de son incertitude, permet d'estimer la justesse des mesures à $3,2 \times 10^{-4}$, pour des valeurs de déformation totale inférieures à 0,5 %.

Les mesures HR-EBSD sont sensibles aux champs locaux de rotation présents à proximité des traces de glissement. Une brusque rotation du cristal autour de la normale au plan activé a été observée pour trois traces de nature différente. En supposant que cette propriété est générale, les champs de rotation mesurés par HR-EBSD peuvent être utilisés pour détecter et caractériser les plans de glissement activés en surface. Une hypothèse sur l'origine du saut de rotation a été formulée en lien avec les observations de dislocations réalisées dans le MEB par la technique ECCI.

3.4 Conclusion

La justesse des mesures de déformation élastique par Laue-DIC et HR-EBSD a été évaluée pour la première fois dans un alliage métallique déformé plastiquement. Un profil de déformation élastique résiduelle est créé dans un monocristal par flexion quatre points. Ce profil est mesuré à l'aide des deux techniques. Le bon accord entre les résultats indépendants permet de déterminer la valeur "vraie" de déformation présente dans l'échantillon. La justesse des mesures, calculée comme l'écart à cette valeur vraie, est estimée à $3,2 \times 10^{-4}$. Le niveau de déformation total exploré ici reste inférieur à 0,5 % de déformation totale.

Les précautions suivantes ont été prises afin de s'assurer que la mesure Laue-DIC est fiable et sans biais. L'état de déformation observé in-situ lors de l'essai de flexion a été étudié. La forme du profil, caractéristique d'un essai de flexion, est validée qualitativement par comparaison avec la répartition des traces de glissement. Les mesures sont par ailleurs représentatives du champ de flexion dans l'éprouvette. Le traitement Laue-DIC, associé à l'hypothèse de fibre neutre, est cohérent avec un traitement conventionnel des données. Enfin, le comportement du cristal identifié en flexion à l'aide d'un modèle mécanique analytique, est identique à celui déterminé par ailleurs en traction.

Cette étude a montré l'influence sur les mesures HR-EBSD des champs de rotation observés en surface, à proximité des traces de glissement. Les mesures ont permis de détecter ces traces, par l'intermédiaire de la rotation locale du cristal présente autour de la normale à leur plan de glissement. Ce saut de rotation semble lié aux dislocations présentes dans la trace, dont les caractéristiques ont été déterminées dans le MEB par ECCI.

Conclusion

Chapitre 4

Identification d'une loi de comportement à l'échelle locale

Une manière originale d'identifier les paramètres d'une loi de plasticité cristalline est explorée dans ce chapitre. Cette approche est basée sur l'observation directe du comportement local, réalisée en couplant des mesures de champs de déformations élastique et totale. La loi de comportement est identifiée à l'échelle où elle est utilisée, à partir d'informations expérimentales strictement locales.

Sommaire

4.1	Modèle de plasticité cristalline et identification	134
4.1.1	Présentation de la loi de comportement	135
4.1.2	Stratégies d'identification	137
4.2	Évaluation du comportement expérimental local	140
4.2.1	Rappels sur le déroulement de l'essai Flex2	140
4.2.2	Profil de déformations élastiques déviatoriques	141
4.2.3	Profil de déformations totales	148
4.2.4	Méthode de couplage des champs	151
4.2.5	Observation du comportement expérimental local	154
4.3	Identification des paramètres	158
4.3.1	Sélection des paramètres	158
4.3.2	Identification sur le comportement expérimental local	160
4.3.3	Validation sur la réponse macroscopique en traction	162
4.4	Conclusion	163

Avant propos

Le comportement plastique d'un cristal est représenté, à l'échelle du micron, dans le cadre de la théorie de la plasticité cristalline. Ce cadre permet de séparer les variables évolutives scalaires (vitesse de glissement, scission résolue) des variables tensorielles qui caractérisent l'anisotropie du réseau cristallin (tenseur de Schmid). Le modèle de comportement est ainsi exprimé par des lois scalaires d'écoulement et d'écrouissage sur chaque système de glissement.

Sur le système de glissement s , les grandeurs caractéristiques sont le taux de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$, et la scission résolue τ^s . La force qui entretient le glissement des dislocations sur le système n'est en effet sensible qu'à la composante τ^s du tenseur des contraintes $\underline{\sigma}$. Cette dernière est calculée en projetant $\underline{\sigma}$ dans le plan dense de normale \underline{n}^s et sur la direction de glissement \underline{m}^s , à l'aide du tenseur de Schmid $\underline{\mu}^s$:

$$\tau^s = \underline{\sigma} : \underline{\mu}^s \quad \text{avec} \quad \underline{\mu}^s = \frac{1}{2} (\underline{m}^s \otimes \underline{n}^s + \underline{n}^s \otimes \underline{m}^s) \quad (4.1)$$

Réciproquement, le tenseur de déformation plastique $\underline{\xi}^p$ est exprimé comme la somme du glissement sur chaque système. Dans une formulation en vitesse :

$$\dot{\underline{\xi}}^p = \sum_s \dot{\gamma}^s \underline{\mu}^s \quad (4.2)$$

Dans ce manuscrit, une loi viscoplastique [168] développée à EDF dans le cadre des projets PERFORM 60 [4] et PERFORM II est étudiée. Ces projets ont pour objectif la prise en compte des effets de l'irradiation (qui perturbe l'arrangement du cristal à l'échelle atomique) sur le comportement mécanique macroscopique des composants de centrales REP. La loi envisagée ici ne tient pas compte des effets de l'irradiation mais a été construite dans une démarche de transition d'échelle, basée sur l'étude du comportement des populations de dislocations par dynamique des dislocations discrètes (DDD). Elle a été implémentée dans Code_Aster [169], le code éléments finis de l'entreprise. Cette loi fait l'objet de travaux de validation et de calibration [170, 171] ayant pour objectif de rendre compte du comportement de l'acier 316L constitutif des structures internes de centrales REP.

Après avoir introduit la loi de plasticité, une stratégie d'identification originale sera présentée, basée sur l'observation du comportement mécanique local. Dans ce chapitre, le comportement à l'échelle du micron est obtenu à la surface d'un monocristal sollicité en flexion, en couplant des mesures de champs de déformations élastique et totale. A l'aide d'un calcul de point matériel, la sensibilité des paramètres sur la réponse simulée par la loi viscoplastique est étudiée. Deux paramètres identifiables sont ensuite ajustés sur le comportement expérimental local. L'identification est enfin confrontée au comportement macroscopique connu du monocristal.

4.1 Modèle de plasticité cristalline et identification

Dans cette section, la loi viscoplastique est introduite. Les atouts de la stratégie adoptée pour identifier cette loi, basée sur l'observation du comportement expérimental local, sont discutés.

4.1.1 Présentation de la loi de comportement

4.1.1.1 Loi d'écoulement viscoplastique à seuil

Pour décrire l'écoulement plastique dû au glissement cristallographique, une loi viscoplastique à seuil est utilisée. Elle se présente sous une expression de type puissance [170] :

$$\dot{\gamma}^s = \begin{cases} 0 & \text{si } |\tau^s| \leq \tau_c^s \\ \dot{\gamma}_0^s \left[\left(\frac{|\tau^s|}{\tau_c^s} \right)^n - 1 \right] \text{signe}(\tau^s) & \text{sinon} \end{cases} \quad (4.3)$$

Les deux paramètres $\dot{\gamma}_0^s$ et n rendent compte du caractère visqueux du déplacement des dislocations. La scission critique τ_c^s est la contrainte limite qui permet leur déplacement. Cette valeur évolue suivant la loi d'écrouissage présentée au paragraphe 4.1.1.2.

Une description viscoplastique est employée pour éviter les indéterminations associées à l'utilisation des critères de sélection de la plasticité indépendante du temps. La présence d'un seuil attribue un sens physique à τ_c^s : une limite d'élasticité au niveau du système de glissement. Le seuil permet de mieux décrire la non linéarité au franchissement de cette limite. Le temps de calcul est également moins important que dans une formulation viscoplastique sans seuil puisque peu de systèmes de glissement sont activés.

4.1.1.2 Loi d'écrouissage

À température ambiante et à faible vitesse de déformation, deux phénomènes contribuent à freiner le déplacement des dislocations dans l'austénite. Premièrement la friction de réseau, renforcée par la présence d'éléments d'alliage en solution solide de substitution, et plus encore d'atomes légers en position interstitielle. Deuxièmement les autres dislocations qui entretiennent avec une dislocation mobile des interactions de contact et à distance par l'intermédiaire des champs de distorsion élastique. Dans l'hypothèse d'une additivité des contributions provenant de la friction du réseau τ_f et de la forêt de dislocations τ_d^s , la scission critique s'exprime :

$$\tau_c^s = \tau_f + \tau_d^s \quad (4.4)$$

La contribution τ_f dépend fortement de la composition chimique mais ne dépend pas du système de glissement. Elle représente la contrainte moyenne nécessaire au franchissement d'une rangée atomique dans le réseau cristallin.

Le terme τ_d^s évolue suivant la position relative des dislocations dans le matériau. La contribution d'une densité ρ^j de dislocations présente sur un système j , à la composante τ_d^s du système s , est donnée par la relation historique [172], exprimée dans une approche multi-systèmes [173] :

$$\tau_d^s = \mu b \sqrt{a^{sj} \rho^j} \quad (4.5)$$

En se basant sur des calculs de dynamique des dislocations, une modification de l'expression (4.5) a été proposée [174] pour mieux prendre en compte le caractère logarithmique des effets de tension de ligne :

$$\tau_d^s = \mu b \left(0,2 + 0,8 \frac{\ln(b \sqrt{a^{sj} \rho^j})}{\ln(b \sqrt{a^{sj} \rho^{ref}})} \right) \sqrt{a^{sj} \rho^j} \quad (4.6)$$

Dans cette expression μ est le module de cisaillement du matériau et b est la norme du vecteur de Burgers. Les coefficients a^{sj} varient en fonction des systèmes suivant la matrice d'interaction présentée dans le tableau 4.1. Cinq types d'interaction sont envisagés : coplanaire a_p , colinéaire a_c , les jonctions glissiles a_g , de Hirth a_h et les verrous de Lomer a_l . Les coefficients sont évalués par DDD pour une densité de référence ρ^{ref} . Dans la parenthèse, le facteur 0,2 rend compte des actions à longue distance. Le second terme correspond aux interactions de contact. Les valeurs 0,2 et 0,8 proviennent de résultats de simulations réalisées pour une large gamme de ρ^{ref} .

	A2	A3	A6	B2	B4	B5	C1	C3	C5	D1	D4	D6
A2	a_p	a_p	a_p	a_c	a_g	a_g	a_h	a_g	a_l	a_h	a_l	a_g
A3		a_p	a_p	a_g	a_h	a_l	a_g	a_c	a_g	a_l	a_h	a_g
B2			a_p	a_g	a_l	a_h	a_l	a_g	a_h	a_g	a_g	a_c
A6				a_p	a_p	a_p	a_h	a_l	a_g	a_h	a_g	a_l
B4					a_p	a_p	a_l	a_h	a_g	a_g	a_c	a_g
B5						a_p	a_g	a_g	a_c	a_l	a_g	a_h
C1							a_p	a_p	a_p	a_c	a_g	a_g
C3								a_p	a_p	a_g	a_h	a_l
C5									a_p	a_g	a_l	a_h
D1										a_p	a_p	a_p
D4											a_p	a_p
D6												a_p

TABLEAU 4.1 – Coefficients de la matrice d'interaction entre systèmes de glissement. Les systèmes sont repérés selon la notation de Schmid & Boas (cf. tableau 2.5).

Lorsque l'on considère l'influence de tous les systèmes j sur τ_d^s (y compris les interactions des dislocations appartenant au même système), l'équation (4.5) devient :

$$\tau_d^s = \mu b \sqrt{\sum_j a^{sj} \rho^j} \quad (4.7)$$

Il faut alors exprimer (4.7) selon une forme similaire à celle de la relation (4.6), en introduisant le concept de coefficients efficaces a_e^{sj} :

$$\tau_d^s = \mu b \sqrt{\sum_j a_e^{sj} \rho^j} \quad \text{avec} \quad a_e^{sj} = \left(0,2 + 0,8 \frac{\ln(\lambda b \sqrt{\rho})}{\ln(\lambda b \sqrt{\rho^{\text{ref}}})} \right)^2 a^{sj} \quad (4.8)$$

Dans l'expression (4.8), les ρ^j sont remplacés par la densité totale de dislocation ρ . Le paramètre λ correspond à la moyenne des coefficients d'interaction. Sa valeur est fixé d'après les simulations de dynamique des dislocations.

Les densités par système ρ^s évoluent car les dislocations se multiplient et s'annihilent au cours de la déformation plastique. Physiquement, les dislocations sont générées au niveau de sources qui sont supposées être en nombre suffisantes et réparties dans le matériau. L'évolution admise pour notre loi de comportement est la suivante [168] :

$$\dot{\rho}^s = \frac{1}{b} \left(A \frac{\sum_{j \in \text{forêt}(s)} \sqrt{a_e^{sj}} \rho^j}{\sum_j \sqrt{a_e^{sj}} \rho^j} + B \sum_{j \in \text{copla}(s)} \sqrt{a_e^{sj}} \rho^j - R \rho^s \right) |\dot{\gamma}^s| \quad (4.9)$$

La notation $\sum_{j \in \text{forêt}(s)}$ se rapporte aux systèmes de glissement non coplanaires du système s . Inversement, la notation $\sum_{j \in \text{copla}(s)}$ ne considère que les systèmes coplanaires. Les paramètres A et B sont caractéristiques de l'écrouissage du matériau. Le paramètre R contrôle le phénomène de restauration des dislocations.

Les paramètres de la loi de comportement sont rassemblés dans le tableau 4.2.

μ	ν	b	$\dot{\gamma}_0^s$	n	ρ_{initial}
module de cisaillement	coefficient de Poisson	distance de Burgers	paramètre visqueux	sensibilité à la vitesse	dislocations initiales
τ_f	a_i	λ	A	B	R
friction de réseau	coefficients d'interaction	coef. moyen d'interaction	écrouissage sécant	écrouissage coplanaire	restauration

TABLEAU 4.2 – Signification physique des paramètres de la loi de comportement.

4.1.2 Stratégies d'identification

Plusieurs paramètres du tableau 4.2 peuvent être déterminés à partir d'observations expérimentales spécifiques. Par exemple, il est possible d'obtenir les paramètres élastiques du cristal (μ et ν) par spectroscopie de résonance ultrasonore. La distance de Burgers b est estimée par diffraction des rayons X. Suivant la méthode d'observation, les paramètres sont parfois mesurés avec une incertitude relativement importante. À cause du manque de représentativité et des effets de surface libre, la densité initiale de dislocations ρ_{initial} , estimée par microscopie en transmission dans notre étude, est une valeur majorante. Les techniques FIB [175] permettent de solliciter un volume microscopique de matière, prélevée dans un grain de polycristal. Des paramètres difficilement accessibles tel que la friction de réseau τ_f peuvent être estimés [176]. Ces mesures sont généralement soumises à des incertitudes en lien avec le contrôle dimensionnel des échantillons, la méthode de préparation (dommage ionique) et la maîtrise des conditions de sollicitation. Les résultats semblent également dépendre du volume de cristal sollicité (effet de taille) même si l'origine du phénomène est encore en débat [68].

Une stratégie pour identifier les paramètres liés à l'écoulement (n et $\dot{\gamma}_0^s$) et à l'écrouissage (les a_i , λ , A , B et R) consiste à réaliser des essais sur des monocristaux macroscopiques. Ces monocristaux peuvent être testés mécaniquement comme des matériaux conventionnels. Néanmoins, leur élaboration pour des compositions chimiques complexes n'est pas toujours possible (cf. [177] pour le cas des aciers austénitiques). Ces alliages sont seulement partiellement représentatifs des cristaux réels (absence d'impuretés, différence dans la quantité d'éléments interstitiels). De plus, l'identification est pertinente si l'effet de taille de grain est faible dans le comportement du polycristal que l'on souhaite modéliser. Enfin, cette approche ne permet pas d'obtenir un jeu de paramètre unique.

Les paramètres d'écrouissage peuvent être évalués par une approche multi-échelles à l'aide de calculs en dynamique des dislocations. Ce type de modèle permet d'observer l'écrouissage d'un volume de cristal contenant une population de dislocations discrètes. La description des interactions entre dislocations est explicite (champ de déformation élastique, interactions de contact) et permet de rendre compte de mécanismes élémentaires qui ne sont plus décrits à l'échelle de la

plasticité cristalline. Les modèles de DDD sont bien adaptés pour déterminer les coefficients a_i qui expriment des interactions particulières entre systèmes de glissement. Cependant, des difficultés sont rencontrées pour estimer les paramètres A , B et R qui décrivent des comportements homogénéisés de la population de dislocation. En effet, des simulations comprenant un nombre important de dislocations, prohibitifs en temps de calcul, sont nécessaires pour fixer précisément ces paramètres.

La dernière approche, largement employée, consiste à identifier la loi de plasticité locale par approche inverse, à l'aide d'un essai macroscopique sur le matériau polycristallin. Ce problème est généralement mal posé : de nombreux jeux de paramètres permettent de reproduire la réponse macroscopique observée. Les paramètres identifiés peuvent d'être dépourvus de sens physique et risquent de ne pas être utilisables pour prédire la réponse à un type de sollicitation différent. Une amélioration de l'identification consiste à prendre en compte des mesures des champs cinématiques locaux. Ces champs apportent en effet une information supplémentaire sur l'hétérogénéité de la déformation à l'échelle de la microstructure.

L'identification par approche inverse nécessite de comparer les résultats de calculs en champs complets (éléments finis [3] ou FFT [178]) aux données expérimentales. À EDF la méthode sélectionnée parmi les techniques disponibles [8, 9] est le recalage de modèles éléments finis (FEMU) à partir de mesures de champ cinématique par corrélation d'images numériques (CIN) [7].

4.1.2.1 Limites de l'identification sur les champs cinématiques

La CIN est une technique qui permet de mesurer le champ de déplacement en surface d'un échantillon et d'en déduire le champ de déformation totale [8]. Ces champs peuvent être mesurés à l'échelle de la microstructure par microscopie optique mais c'est généralement avec des images MEB que les études sont menées pour obtenir une résolution intragranulaire [179, 7].

La méthode FEMU associée aux mesures CIN a été mise en œuvre avec succès pour identifier des paramètres de loi de plasticité cristalline dans des matériaux de structure c.c. [5], h.c. [6] et c.f.c. [7]. Plusieurs limites sont néanmoins mises en lumière par ces travaux.

Les hypothèses du modèle ont une influence importante sur la forme du champ calculé. Elles peuvent donc biaiser la procédure d'identification. En particulier, la représentation de la microstructure est une question complexe. La microstructure est facilement accessible en surface (e.g. par EBSD) mais difficilement dans le volume. Or, pour une même microstructure de surface, la morphologie des grains sous-jacents conditionne la forme des champs calculés [2]. L'application de conditions aux limites mesurées expérimentalement permet de rendre partiellement compte de la microstructure en profondeur. Un maillage 3D de la microstructure semble le plus adéquat mais implique un effort expérimental important et une complexification du modèle.

Les lois de comportement à base physique, n'étant pas optimisées dans leur formulation pour une résolution numérique, sont généralement coûteuses en ressources numériques. Comme la méthode FEMU implique un grand nombre de calculs successifs, le nombre d'éléments permettant la convergence de la procédure d'identification en un temps raisonnable est limitée. Les modèles utilisés sont nécessairement simplifiés (2D [5, 6, 7] ou 3D sur un maillage cubique [2]), ce qui rentre en conflit avec la volonté de modéliser au plus juste la microstructure et les conditions aux limites de l'essai expérimental. La finesse de la description du comportement cristallin peut se retrouver dégradée par un modèle grossier ou partiel de la configuration expérimentale.

La FEMU à partir de mesures de CIN est une approche mixte entre des grandeurs macroscopiques et locales, utilisée pour identifier un comportement strictement local. Cette approche mixte

est nécessaire car le champ cinématique ou de déformations totales n'est pas suffisante pour fixer seul le comportement, lorsque l'état de contrainte associé est inconnu. En incluant l'effort macroscopique dans la fonction coût, le modèle permet par changement d'échelle de fixer implicitement le champ de contrainte, dans le cadre des hypothèses de modélisation sélectionnées. La mise en œuvre de ce processus peut donc être envisagé comme un moyen de parer à l'absence de mesure du champ de contraintes.

Néanmoins, la méthode FEMU est sensible au cumul des erreurs de modèle et au bruit de mesure. Les erreurs de modèles empêchent d'obtenir une identification qui produise une réponse optimale simultanément à l'échelle locale et à l'échelle macroscopique [7]. La valeur des paramètres identifiés est donc dépendante du poids attribué aux réponses macroscopiques ou locales.

Dans le chapitre 3, nous avons montré qu'une mesure fiable et exacte des champs de déformations élastiques déviatoriques peut être réalisée en présence de plasticité. Ces mesures permettent d'évaluer le champ de contrainte associé à un état de déformation élasto-plastique. L'objectif ici est donc d'explorer l'apport de ces nouvelles mesures sur les procédures d'identification. En particulier, la complexité de l'approche FEMU doit pouvoir être évitée en observant directement le comportement expérimental local, par le couplage de mesures de déformations élastique et totale.

4.1.2.2 Identification à partir du comportement expérimental local

La stratégie employée dans ce chapitre pour identifier les paramètres de la loi repose sur l'évaluation, à l'échelle locale, du comportement expérimental. En théorie, la connaissance simultanée, à une échelle spatiale donnée, de l'état de déformation totale et de contrainte est suffisante pour étudier directement le comportement à cette échelle. En observant l'évolution des deux grandeurs avec le chargement, le comportement du matériau peut être déterminé.

Sur le plan expérimental, l'observation directe du comportement mécanique à l'échelle du micron, par couplage des mesures de déformations totales et de déformations élastiques, n'a pas été rapportée dans la littérature. Néanmoins, le potentiel du couplage de ces deux mesures a été démontré dans le domaine des films minces à une échelle supérieure [180]. Dans ce travail, un film composite cuivre-tungstène est déposé sur un substrat polymère. L'ensemble film-substrat est sollicité en traction bi-axiale. Dans une zone d'un diamètre de 8 mm, l'état mécanique homogène qui se développe est observé lors d'un essai in-situ. Deux composantes normales du tenseur des contraintes dans le film sont déterminées par la méthode des $\sin^2 \Psi$, à l'aide d'un faisceau X d'un diamètre de 340 μm . Le champ de déformation totale est obtenu par CIN sur la zone millimétrique, côté polymère. Le couplage des mesures conduit à l'établissement d'une relation contrainte-déformation pour les composantes principales de la déformation, autrement dit la relation de comportement suivant les deux directions de sollicitation. Le film mince ayant un caractère fragile, le comportement "plastique" de l'ensemble film-substrat, attribué à la propagation de micro-fissures dans le film fragile, n'est pas exploité. La surface associée à la limite du domaine d'élasticité du film mince est reconstruite par ce procédé.

Dans la suite de ce chapitre, le comportement mécanique à l'échelle du micron est évalué dans un monocristal en couplant mesures de déformations élastique et totale. Le monocristal, au comportement homogène, est utilisé afin de valider la démarche mise en œuvre. Il est sollicité en flexion quatre points lors d'un essai in-situ. Les champs de déformations élastique et totale sont évalués simultanément à la surface de l'éprouvette par microdiffraction Laue et CIN. Après un bref rappel du déroulement de l'essai mécanique, les résultats de ces deux types de mesure seront présentés puis exploités pour évaluer le comportement local du cristal.

À l'aide d'un calcul de point matériel, la sensibilité des paramètres sur le comportement simulé est étudiée. Deux paramètres identifiables sont ajustés afin que le comportement simulé reproduise le comportement réel. Le comportement ainsi identifié est comparé au comportement macroscopique connu du monocristal pour valider la démarche.

4.2 Évaluation du comportement expérimental local

Cette section montre comment le couplage de mesures de déformations élastique et totale, à l'échelle du micron, permet d'évaluer le comportement local du matériau. Un monocristal est sollicité en flexion de manière à introduire dans son épaisseur un champ hétérogène de déformations. L'essai est interrompu régulièrement pour mesurer simultanément, à une échelle comparable, les champs de déformations élastiques déviatoriques (par microdiffraction Laue) et totales (par CIN). Dans un premier temps, après un rappel sur le déroulement de l'essai de flexion, les résultats des mesures de microdiffraction Laue et de CIN sont traités. Dans un second temps, une hypothèse est formulée sur la partie hydrostatique du tenseur des déformations élastiques pour pouvoir comparer les deux mesures et discuter des résultats. Enfin, nous montrons comment cette comparaison permet d'évaluer le comportement local du cristal.

4.2.1 Rappels sur le déroulement de l'essai Flex2

L'essai de flexion Flex2, similaire à l'essai utilisé pour valider les mesures de déformations élastiques au chapitre 3, est étudié ici. Flex2 se différencie de l'essai Flex1 par la présence de sous-joints dans l'éprouvette et le mouchetis déposé en surface pour réaliser la corrélation d'images. Le détecteur de rayons X, également différent, permet d'obtenir une meilleure calibration du système de microdiffraction.

Les principales caractéristiques de l'essai sont illustrées par la figure 4.1. L'échantillon monocristallin d'acier austénitique est sollicité en flexion quatre points in-situ sur le dispositif de microdiffraction Laue. Au centre de l'éprouvette, le cristal est constitué de plusieurs sous-grains faiblement désorientés ($< 0,6^\circ$) dont les axes cristallographiques $< 100 >$ sont alignés avec les arêtes de l'échantillon. Dans l'épaisseur de l'éprouvette ($460\text{ }\mu\text{m}$), on observe avec le chargement, le développement d'un gradient de déformation. La vitesse de sollicitation maximale, au bord de l'échantillon, est de $2,8 \times 10^{-5}\text{ s}^{-1}$.

Ce chargement, quasi-statique, est interrompu régulièrement pour réaliser une acquisition en microdiffraction Laue du champ de déformation élastique puis une image en microscopie optique permettant de mesurer le champ de déformations totales par CIN. Cette acquisition a lieu lorsque la relaxation de l'échantillon est terminée, c'est-à-dire lorsque le niveau de force est stabilisé. Au total six niveaux de chargement sont étudiés : quatre dans le domaine élastique et deux dans le domaine élasto-plastique.

Chaque acquisition de microdiffraction Laue comprend un profil principal suivant l'axe \underline{x} et deux profils secondaires suivant le même axe mais décalés de $\pm 100\text{ }\mu\text{m}$ dans la direction \underline{y} . Les résultats des trois profils sont utilisés pour rendre compte du profil moyen de déformation élastique au centre de l'échantillon. Trois profils identiques, situés à la même position sur l'échantillon, sont extraits du champ de déformation totale obtenu par CIN.

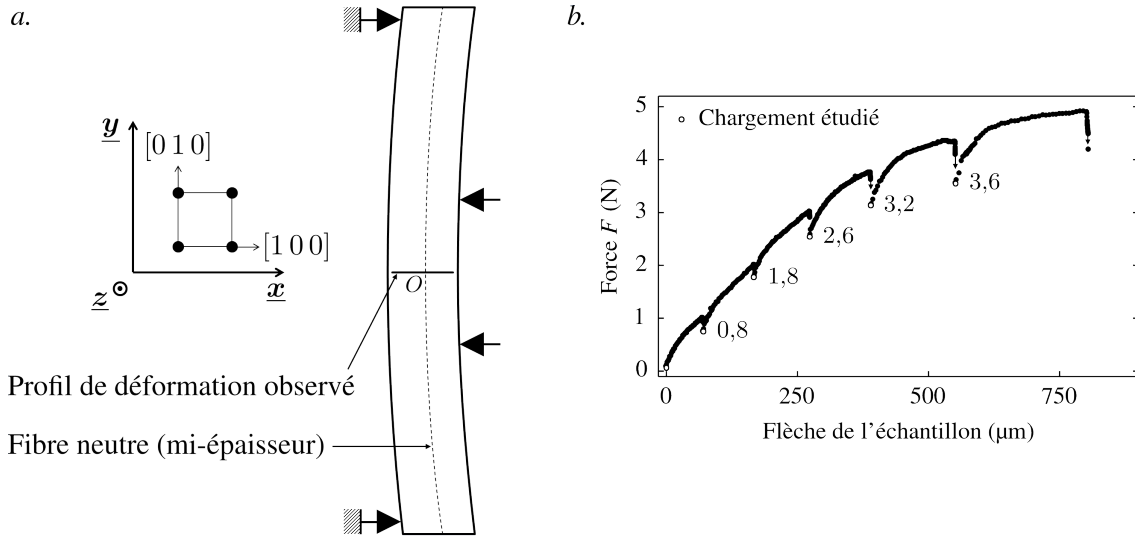


FIGURE 4.1 – *a.* Essai de flexion utilisé pour créer un profil de déformation dans l'épaisseur de l'échantillon monocristallin Flex2. Le cristal est sollicité suivant les axes cristallographiques $[1\ 0\ 0]$. *b.* Courbe force-flèche associée à l'essai montrant les niveaux de chargement étudiés.

4.2.2 Profil de déformations élastiques déviatoriques

Les résultats des acquisitions de microdiffraction Laue sont présentés dans cette section. Ces résultats sont ensuite traités de manière à être comparables aux données CIN en termes de résolution spatiale et du type d'information mesurée.

La méthode conventionnelle de traitement des données Laue est utilisée pour mesurer la valeur absolue du champ de déformation élastique déviatorique. Afin d'obtenir des mesures avec une exactitude optimale, le détecteur MAR165 CCD est employé dans une configuration expérimentale similaire à celle utilisée pour estimer la fidélité des mesures à 5×10^{-5} sur un monocristal de silicium [16]. Dans ce chapitre, les fortes variations des niveaux moyens de cisaillement entre deux pas de chargement, attribués dans la section 3.2.3.2 à des défauts de calibration, n'ont pas été observés. D'après les conclusions de la comparaison des traitements Laue-DIC et Laue conventionnel du chapitre précédent (section 3.2.3.2), l'incertitude sur les mesures absolues associées à une bonne calibration ($\sim 10^{-4}$) est équivalente à celle introduite par l'hypothèse de fibre neutre associée à un traitement relatif en Laue-DIC. Le traitement conventionnel du code LaueTools [38] est utilisé dans cette section.

4.2.2.1 Présence de déformations élastiques résiduelles à l'état initial

La figure 4.2 présente le profil principal de déformation élastique et de rotation mesuré à 0 N. La position du profil sur l'échantillon Flex2 ainsi que la définition du repère $(\underline{x}, \underline{y}, \underline{z})$ sont rappelées dans la figure 4.1. Les termes ε_{ii}^{e*} correspondent aux composantes normales de traction/compression que l'on distingue des composantes $\varepsilon_{ij, i \neq j}^{e*}$ de cisaillement. Les termes ω_i sont les composantes de rotation qui mesurent la désorientation (ou orientation relative) du cristal par rapport au point situé sur la fibre neutre.

Les profils de rotation sont composés de plusieurs groupes de points de même orientation séparés par des sauts abrupts. La composante ω_x illustre bien ce phénomène avec deux sauts

visibles de 4×10^{-4} et 2×10^{-4} . Les sauts atteignent 8×10^{-3} dans le cas de la composante ω_y . Les composantes de déformations normales dessinent des variations continues dont l'amplitude reste inférieure à 5×10^{-4} . Les composantes de cisaillement sont quasiment constantes avec des fluctuations de l'ordre de 10^{-4} , à l'exception d'un saut observé sur ε_{xz}^{e*} .

La forme des profils de rotation est attribuée à la présence de quatre sous-joints mis en évidence par une image en contraste cristallin présentée en figure 4.3. Cette figure présente également l'évolution de l'angle de désorientation θ dans le profil, calculé à partir des composantes ω_x , ω_y et ω_z . La majorité du cristal est constitué de deux sous-grains très faiblement désorientés ($< 0,1^\circ$). À gauche et à droite du profil se situent deux autres sous-grains désorientés plus fortement de $0,4^\circ$ et $0,5^\circ$.

Les déformations élastiques résiduelles dépendent de la microstructure. Par exemple, les variations sur les composantes ε_{xx}^{e*} et ε_{zz}^{e*} sont principalement observées dans le sous-grain de droite. De plus, la discontinuité observée sur le cisaillement ε_{xz}^{e*} correspond à la position du sous-joint dans les profils de rotation.

L'état initial de l'éprouvette Flex2 est différent de celui de l'éprouvette Flex1 (cf. figure 3.2) dans laquelle un unique cristal quasi-parfait et non contraint occupait la zone de mesure. Il est probable que les sous-grains et les contraintes résiduelles soient présents car contrairement à l'éprouvette Flex1, l'éprouvette Flex2 a été prélevée en peau du barreau de monocristal (cf. annexe B). En peau, les conditions de solidification sont a priori moins favorables qu'à cœur, en raison des effets de surface et de la présence de gradients thermiques lors du refroidissement.

4.2.2.2 Extraction des déformations élastiques liées à la sollicitation en flexion

Les résultats de la mesure à 1,8 N sont présentés dans la figure 4.4. Seule une nette évolution des composantes normales est observée par rapport à l'état initial. En particulier, un profil à tendance linéaire est visible sur les composantes ε_{yy}^{e*} et ε_{zz}^{e*} . La forme de la composante ε_{xx}^{e*} a également variée.

A priori, deux contributions s'entremêlent dans ce profil de déformation élastique : la déformation résiduelle associée à l'histoire thermo-mécanique du monocristal et la déformation apportée par la sollicitation en flexion. Dans cette étude, on dispose seulement des outils pour interpréter la déformation liée à l'essai mécanique. En particulier, la corrélation d'images ne mesure que l'évolution des déformations depuis l'état initial à 0 N. Nous souhaitons donc extraire et travailler sur la contribution des résultats liée à la sollicitation en flexion.

En s'appuyant sur l'hypothèse d'additivité des champs en petites transformations, un traitement en deux étapes permet d'extraire cette contribution, comme l'illustre la figure 4.5. Premièrement, les résultats bruts sont filtrés à l'aide d'un filtre médian sur 3 points pour attribuer une valeur aux quelques points non-indexés du profil (< 5). La dispersion des mesures est légèrement diminuée par ce filtrage. Deuxièmement, les profils de déformations résiduels à 0 N sont soustraits des profils mesurés en charge.

Le profil à 1,8 N, après soustraction de l'état initial, est présenté dans la figure 4.6. Les valeurs de rotation et de cisaillement (qui témoignent de l'évolution de ces composantes depuis 0 N) se répartissent autour de zéro avec des fluctuations inférieures à 10^{-4} . Trois profils linéaires sont observés sur les composantes normales : la déformation principale ε_{yy}^{e*} , de pente négative, à une intensité double de celle des composantes ε_{xx}^{e*} et ε_{zz}^{e*} dont la pente est positive.

L'état de déformation reconstruit est identique à celui observé au chapitre précédent (cf. figure 3.3) et associé à une sollicitation purement élastique en flexion du cristal. Cette constatation

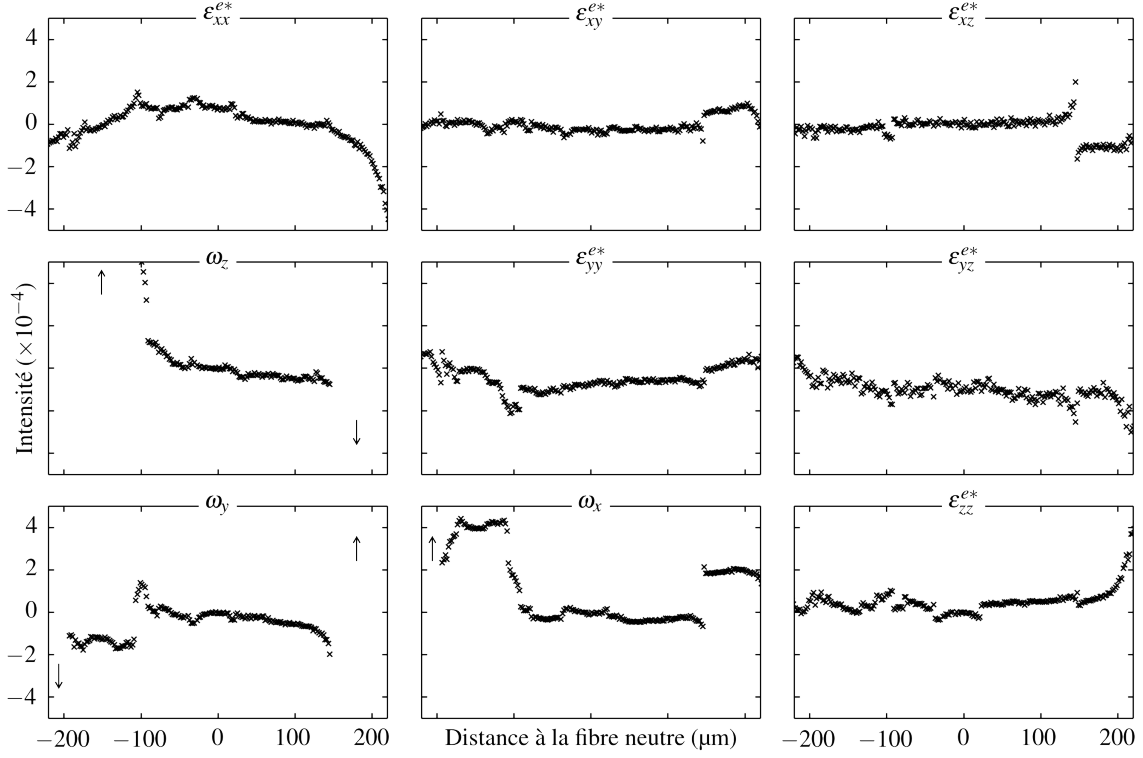


FIGURE 4.2 – État initial à 0 N du profil principal de déformation élastique (ε_{ij}^{e*}) et de rotation (ω_i) observé par microdiffraction Laue conventionnelle (essai Flex2). En abscisse, on indique la position suivant l'axe \underline{x} dans le profil et en ordonnée la valeur de la composante (en radians pour les rotations). Les flèches indiquent des valeurs hors échelle liées à la présence de sous-joints.

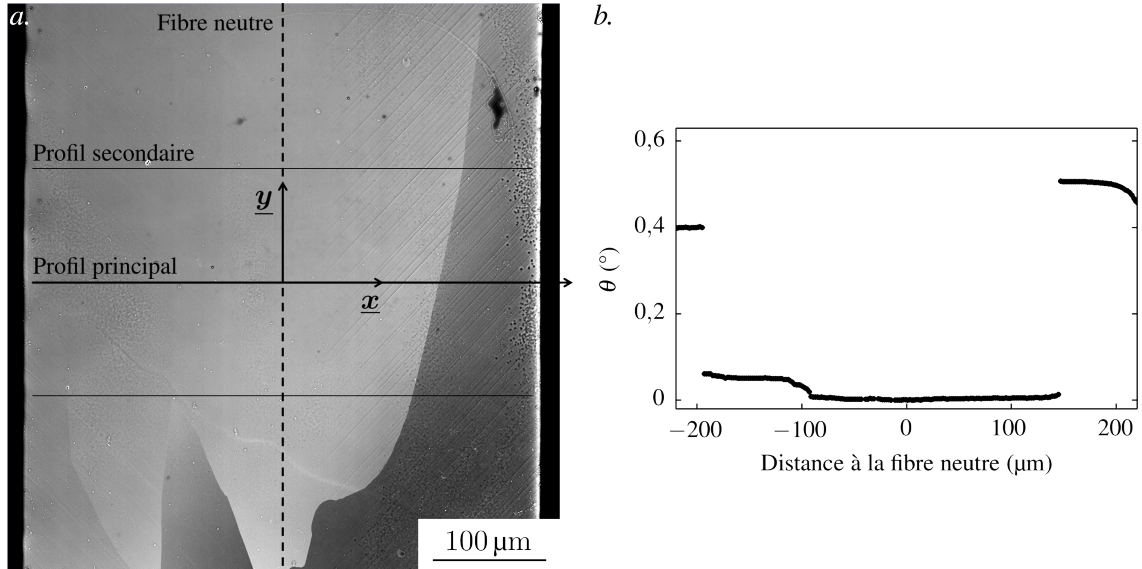


FIGURE 4.3 – Présence et caractérisation des sous-grains dans l'éprouvette Flex2. *a.* Image en contraste cristallin (électrons rétrodiffusés) obtenue après nettoyage du mouchetis à la fin de l'essai. *b.* Évolution de l'angle de désorientation θ dans le profil principal.

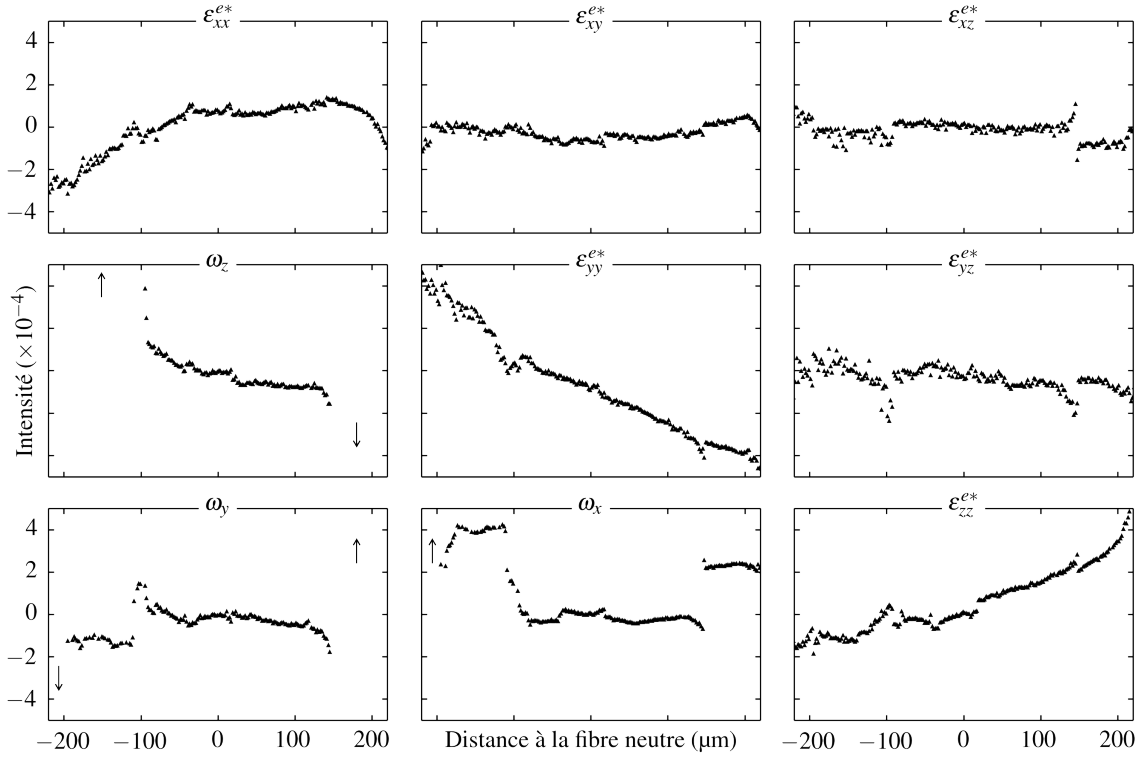


FIGURE 4.4 – Profil principal de déformation élastique (ε_{ij}^{e*}) et de rotation (ω_i) mesuré à 1,8 N par microdiffraction Laue conventionnelle (essai Flex2). En abscisse, on indique la position suivant l'axe \underline{x} dans le profil et en ordonnée la valeur de la composante (en radians pour les rotations). Les flèches indiquent des valeurs de rotations hors échelle liées à la présence de sous-joints.

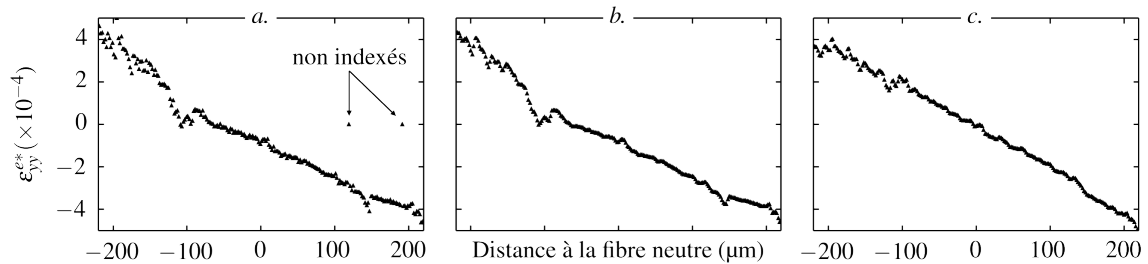


FIGURE 4.5 – Traitement permettant d'extraire des résultats Laue (ici ε_{yy}^{e*} à 1,8 N), la contribution liée à la sollicitation mécanique en flexion. *a.* Avant traitement, une valeur nulle est attribuée aux points non indexés. *b.* Après filtrage médian sur trois points. *c.* Après soustraction de l'état initial.

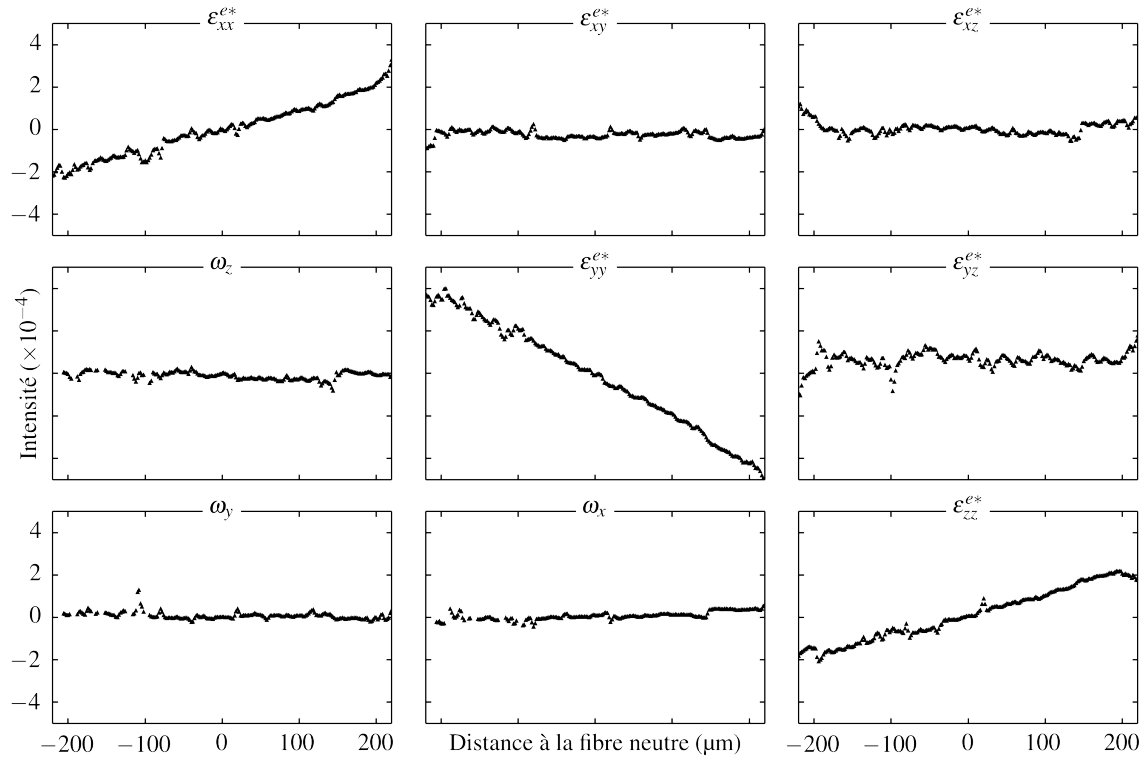


FIGURE 4.6 – Profil principal obtenu à 1,8 N, après le traitement des résultats permettant d'extraire les déformations élastiques (ε_{ij}^{e*}) et l'évolution des rotations (ω_i) associées au chargement mécanique en flexion (essai Flex2). En abscisse, on indique la position suivant l'axe \underline{x} dans le profil et en ordonnée la valeur de la composante (en radians pour les rotations).

confirme que la méthode d'extraction utilisée permet d'isoler avec succès la contribution liée au chargement mécanique.

Par la suite, nous supposons que l'état de déformation résiduel à 0 N a peu d'influence sur la relation de comportement que nous allons étudier entre déformations totales et déformations élastiques liées à l'essai de flexion. Physiquement, la contribution maximale des déformations résiduelles pour la composante ε_{yy}^{e*} est relativement faible ($\sim 10^{-4}$) devant la contribution totale qui atteint 8×10^{-4} . Pour les composantes ε_{xx}^{e*} et ε_{zz}^{e*} , les contributions sont du même ordre de grandeur, en particulier dans le sous-grain de droite et l'hypothèse d'indépendance est sans doute moins valide.

4.2.2.3 Lissage du profil de déformation

Les profils de déformations élastiques, acquis avec une résolution spatiale latérale de l'ordre du micron, sont sensibles à des variations très localisées du champ. Comme en témoigne la figure 4.7, les mesures détectent par exemple un comportement particulier à proximité du sous-joint situé, suivant le profil (principal ou secondaire), entre $x = 100 \mu\text{m}$ et $x = 200 \mu\text{m}$ (cf. figure 4.3). L'origine physique de ces variations localisées reste à valider et à interpréter. Elles sont considérées dans notre étude comme des perturbations du champ moyen auquel on s'intéresse.

Le champ de déformation élastique mesuré par microdiffraction Laue doit pouvoir être comparé au champ de déformations totales mesurées par CIN. Ce dernier est évalué avec un pas de $15 \mu\text{m}$, à l'aide d'images d'une taille de $30 \mu\text{m}$ de côté. La mesure par CIN est donc sensible aux variations du champ à l'échelle de la dizaine de micron. Il est nécessaire de lisser les données de microdiffraction pour s'affranchir des perturbations à l'échelle du micron et obtenir ainsi deux mesures comparables.

Le lissage est réalisé en moyennant les données point à point sur les trois profils acquis à un même niveau de chargement (cf. figure 4.7). Cette méthode permet de tenir compte de la variabilité locale du champ attribuée aux sous-joints dans la direction \underline{y} . Elle est également complémentaire du filtrage médian réalisé précédemment dans la direction \underline{x} .

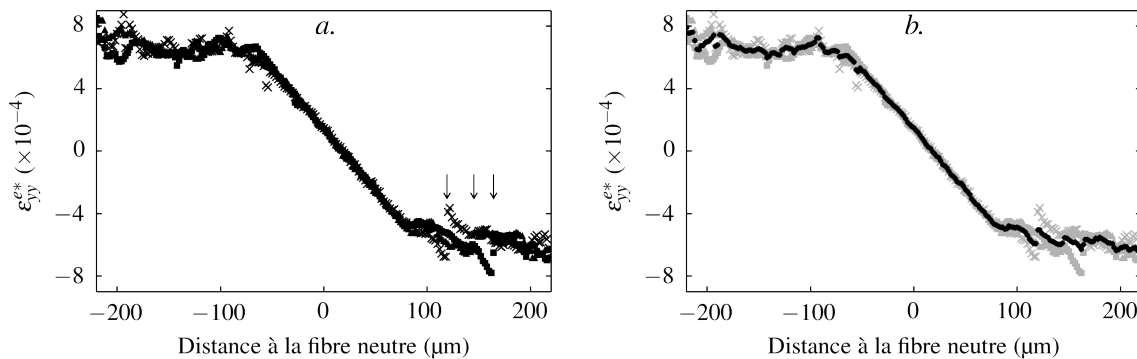


FIGURE 4.7 – Lissage des déformations élastiques en moyennant point à point le profil principal avec les deux profils secondaires. *a.* Comparaison des trois profils pour le chargement 3,6 N et la composante ε_{yy}^{e*} . Les flèches indiquent la présence d'un sous-joint. *b.* Profil lissé (en noir).

4.2.2.4 Évolution du profil moyen de déformations élastiques

L'évolution avec le chargement du profil moyen de déformation élastique est présenté dans la figure 4.8. Pour tous les pas de chargement, les composantes de cisaillement restent proches de zéro avec des écarts limités à $\pm 2 \times 10^{-4}$.

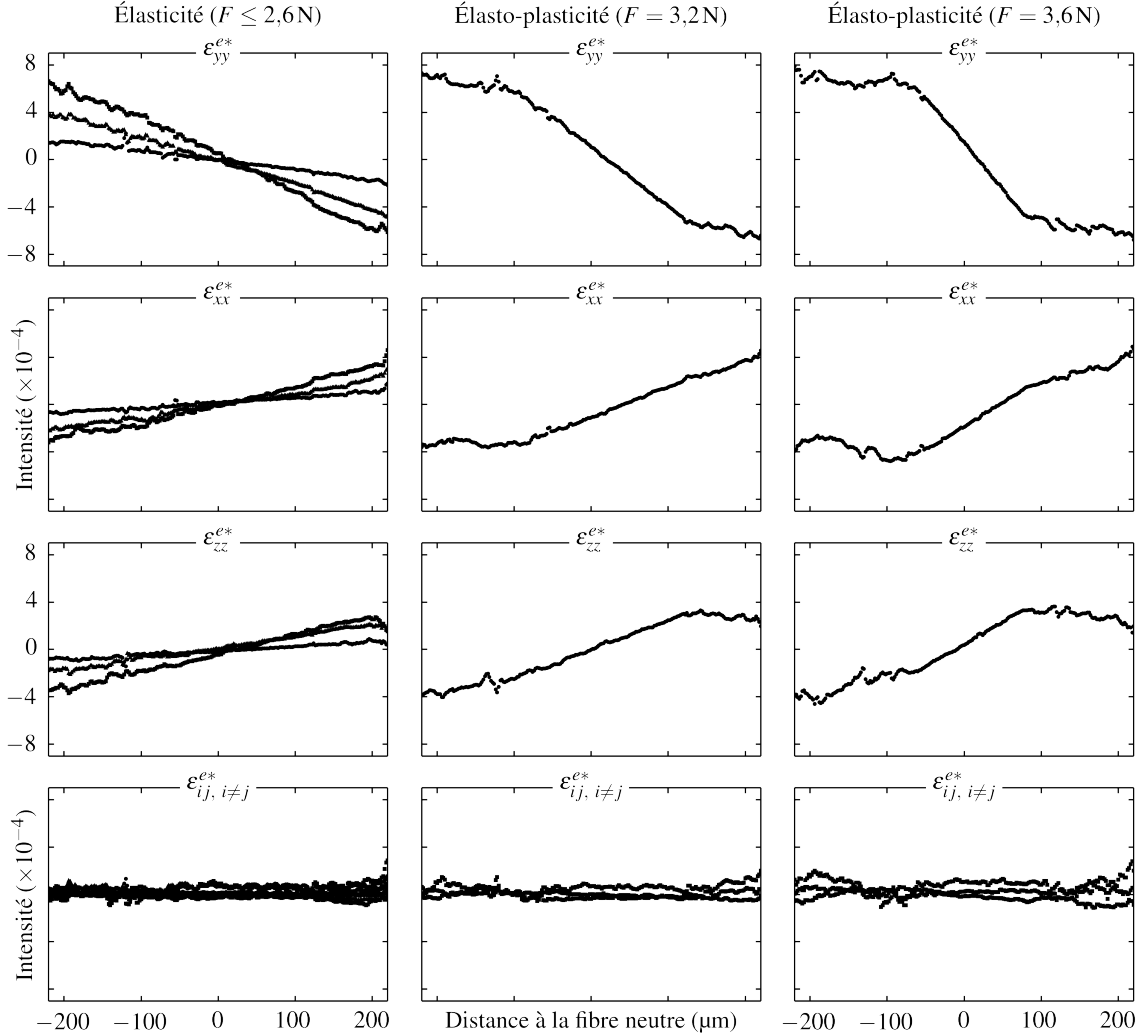


FIGURE 4.8 – Évolution du profil moyen de déformation élastique avec le niveau de chargement F (de gauche à droite). En abscisse, on indique la position suivant l'axe \underline{x} dans le profil et en ordonnée la valeur de la composante. Les trois cisaillements $\varepsilon_{ij}^e, i \neq j$ sont regroupés dans une figure unique.

Dans le domaine élastique (0,8 N, 1,8 N et 2,6 N), un profil linéaire et symétrique se développe sur les composantes normales. La pente des profils augmente proportionnellement avec le chargement. La pente est négative pour ε_{yy}^e contrairement à ε_{xx}^e et ε_{zz}^e où elle est positive.

Dans le domaine élasto-plastique (3,2 N et 3,6 N), les composantes normales peuvent être décrites par une courbe en trois morceaux. Dans le cas de ε_{yy}^e , le profil reste symétrique et se compose de trois segments linéaires. La pente des deux segments situés sur les bords de l'échantillon est

faible alors que proche de la fibre neutre la pente augmente encore avec le chargement. Dans le cas des composantes ε_{xx}^{e*} et ε_{zz}^{e*} , la symétrie des profils est rompue. Proche de la fibre neutre le segment reste linéaire et la pente continue d'augmenter avec le chargement. Sur les bords, la forme de la courbe est variable en fonction de la composante et du niveau de chargement. Dans ces zones, lorsque la pente est faible sur ε_{xx}^{e*} , elle est forte sur ε_{zz}^{e*} et inversement.

Une discussion détaillée sur l'interprétation de mesures semblables a été menée dans la section 3.2. Ici, aucun cisaillement significatif n'est observé car le cristal est sollicité dans ces axes de symétrie. La composante principale ε_{yy}^{e*} est caractéristique de l'évolution attendue : le profil reste toujours symétrique, linéaire dans le domaine élastique puis témoigne de la présence des zones plastifiées aux bords de l'échantillon. Une différence notable avec la théorie et les observations du chapitre précédent consiste en la dissymétrie présente sur les composantes ε_{xx}^{e*} et ε_{zz}^{e*} dans le domaine élasto-plastique. Cette dissymétrie est attribuée à la présence des sous-grains et du champ de déformation résiduelle initial qui perturbent la répartition équitable de l'effet poisson sur ε_{xx}^{e*} et ε_{zz}^{e*} .

4.2.3 Profil de déformations totales

Les résultats des acquisitions de corrélation d'images numériques sont présentés dans cette section. Afin d'obtenir un ordre de grandeur des incertitudes sur ces mesures, le champ de déformation a été calculé pour dix images du mouchetis acquises successivement dans les mêmes conditions. L'écart type des déformations mesurées (considérées comme des erreurs à la valeur nulle attendue) est de $1,6 \times 10^{-5}$ pour ε_{yy}^t , $1,7 \times 10^{-5}$ pour ε_{xy}^t et $2,3 \times 10^{-5}$ pour ε_{xx}^t . La quasi-totalité des valeurs mesurées (95 %) sont donc inférieures à 7×10^{-5} . Il semble donc raisonnable d'attendre sur nos mesures une incertitude de l'ordre de 10^{-4} .

4.2.3.1 Présentation des champs et extraction du profil moyen

Les composantes normales du champ surfacique de déformation totale pour le chargement 3,6 N sont présentées en figure 4.9. Ces champs sont globalement symétriques par rapport à la fibre neutre, homogènes dans la direction \underline{y} et varient linéairement suivant la direction \underline{x} . Des fluctuations d'une amplitude inférieure à 5×10^{-4} sont détectées. Dans le champ associé à la composante ε_{xx}^{e*} , le sens de variation des déformations s'inverse pour $x = 130 \mu\text{m}$.

La forme des composantes observées est caractéristique des champs attendus en flexion quatre points. En première approximation (cf. annexe C), la déformation totale varie proportionnellement avec la distance à la fibre neutre. Les fluctuations proviennent d'une part de la variabilité dans les images optiques utilisées pour la mesure (manque d'homogénéité du mouchetis, zones de flou) et d'autre part des hétérogénéités du champ lié à la présence des sous-joints. Il est possible que l'inversion relevée sur ε_{xx}^{e*} soit en lien avec le sous-joint mis en évidence dans la figure 4.3.

Afin de comparer les champs de déformation totale avec les données de microdiffraction Laue, un profil moyen est calculé. Les valeurs suivant les trois profils observés en microdiffraction Laue sont extraites des champs interpolés. Comme le montre la figure 4.10, ces profils sont ensuite moyennés point à point d'une manière similaire à celle utilisée sur les résultats de déformations élastiques. On s'affranchit ainsi partiellement des fluctuations du champ dans la direction \underline{y} .

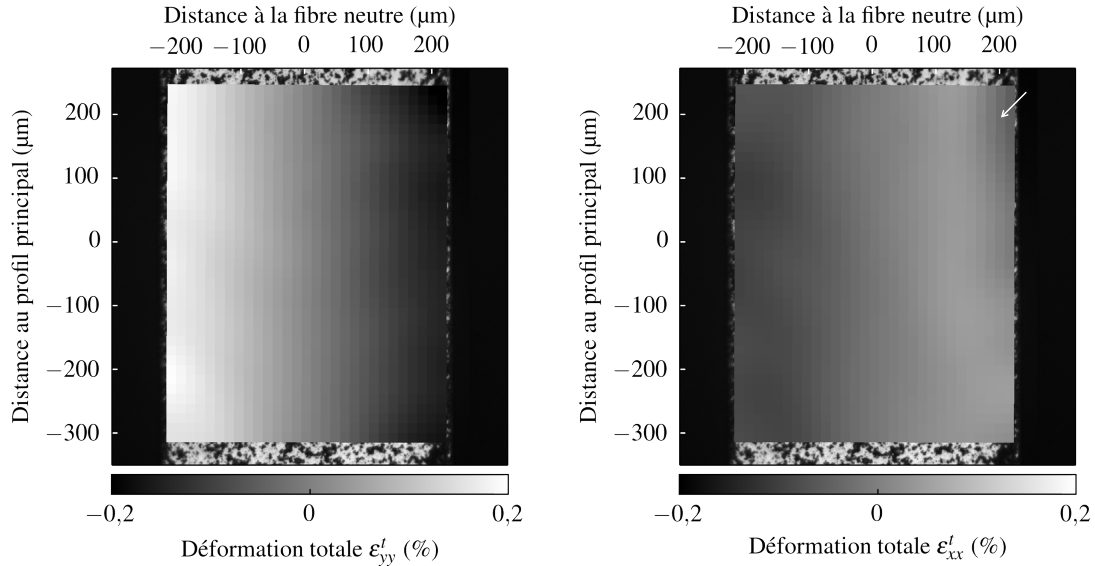


FIGURE 4.9 – Champs de déformations totales mesurés par CIN au chargement 3,6 N. La flèche indique une inversion du gradient de déformation mesuré sur la composante ε_{xx}^t .

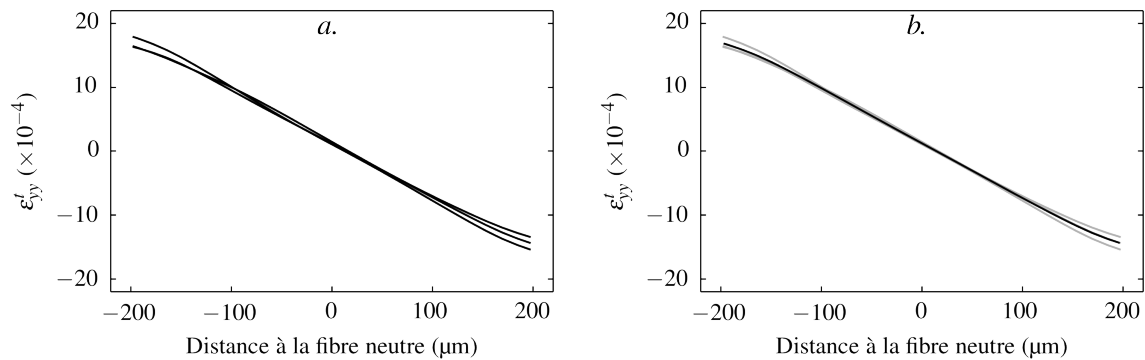


FIGURE 4.10 – Profil de déformations totales (de Green-Lagrange) obtenu en moyennant point à point trois profils extraits des champs CIN aux positions indiquées dans la figure 4.3. *a.* Comparaison des valeurs extraites au chargement 3,6 N. *b.* Profil moyen (en noir) calculé à partir des trois profils (en gris).

4.2.3.2 Évolution du profil moyen de déformations totales

L'évolution avec le chargement du profil moyen de déformations totales est présentée dans la figure 4.11. Trois composantes sont accessibles par la mesure CIN, deux composantes normales dans le plan de la surface (ε_{xx}^{e*} et ε_{yy}^{e*}) et le cisaillement ε_{xy}^{e*} . Pour tous les pas de chargement, la composante principale ε_{yy}^{e*} est linéaire et symétrique. Sa pente négative augmente proportionnellement avec le chargement. À l'exception du cas $F = 0,8$ N, la composante ε_{xx}^{e*} suit également une tendance linéaire dont la pente positive augmente avec le chargement. L'écart à cette tendance, limitée à un ordre de grandeur de 10^{-4} pour $F < 3,2$ N, atteint 10^{-3} à l'extrémité droite du profil pour $F = 3,6$ N. À l'exception une nouvelle fois du cas $F = 0,8$ N, le cisaillement reste proche de zéro dans le domaine élastique puis augmente progressivement pour atteindre une amplitude de l'ordre de 5×10^{-4} .

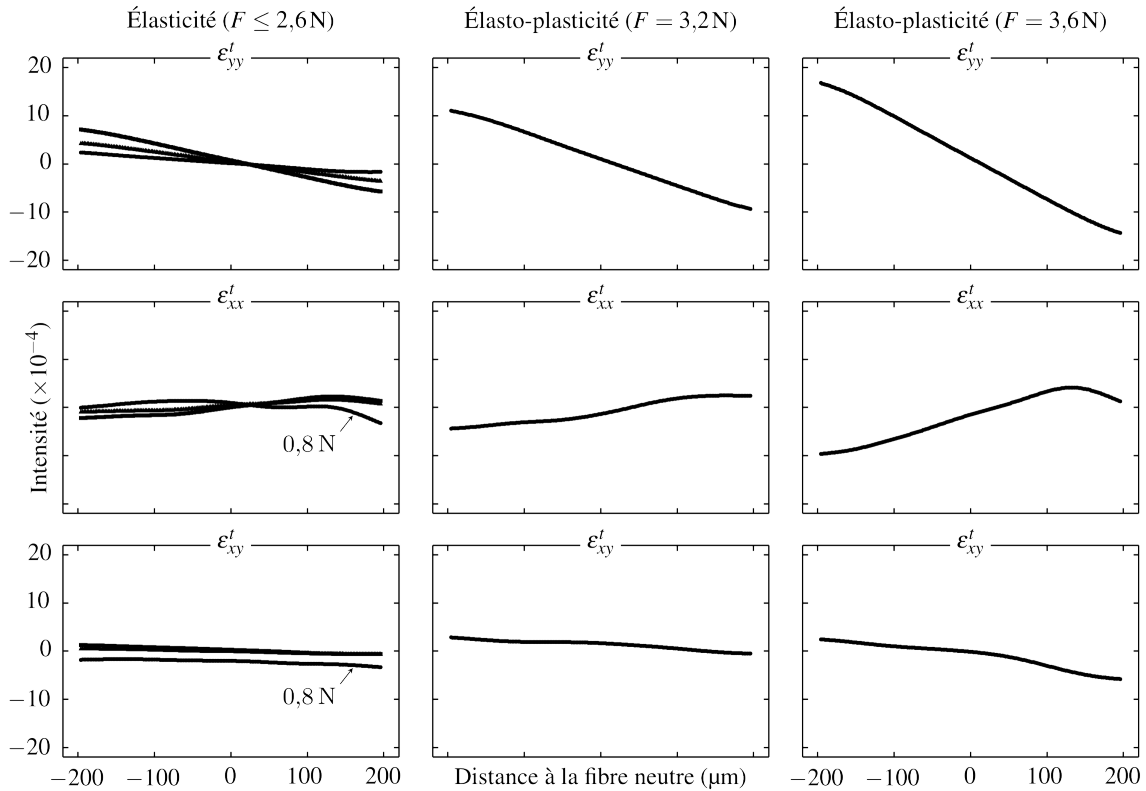


FIGURE 4.11 – Évolution du profil moyen de déformations totales avec le niveau de chargement F (de gauche à droite). En abscisse, on indique la position suivant l'axe \underline{x} et en ordonnée la valeur de la composante.

L'évolution de la composante principale ε_{yy}^{e*} est cohérente avec le comportement théorique d'une poutre en flexion. La forme linéaire symétrique de cette composante est en effet imposée par les conditions géométriques associées à l'essai. Comme attendu, une évolution opposée, résultant de l'effet Poisson, est partiellement observée sur la composante ε_{xx}^{e*} . Les écarts de cette composante à la tendance linéaire, ainsi que les valeurs non nulles du cisaillement, sont sans doute liés à la présence des sous-grains. La raison du comportement atypique des composantes ε_{xx}^{e*} et

ε_{xy}^{e*} à 0,8 N est inexpliquée¹.

4.2.4 Méthode de couplage des champs

Nous souhaitons maintenant comparer les champs de déformations élastiques et totales. Le couplage des résultats de CIN et de microdiffraction Laue n'est pas immédiat. En effet, les deux mesures fournissent une partie incomplète de leur tenseur de déformations : la partie déviatorique du tenseur des déformations élastiques $\underline{\underline{\varepsilon}}^e$ d'une part et trois composantes du tenseur des déformations totales $\underline{\underline{\varepsilon}}^t$ d'autre part. On ne dispose pas d'un nombre suffisant de composantes pour calculer la partie déviatorique de $\underline{\underline{\varepsilon}}^t$ et il est impossible de reconstruire $\underline{\underline{\varepsilon}}^e$ sans connaître sa trace. Une hypothèse est donc nécessaire pour comparer les deux mesures.

En suivant l'hypothèse de Bernoulli, utilisée pour construire le modèle analytique de poutre utilisé au chapitre précédent (cf. annexe C), nous supposons maintenant que l'état de contrainte dans le champ de flexion est uniaxial.

4.2.4.1 Conséquences de l'hypothèse d'état de contrainte uniaxial

En appliquant l'hypothèse de contrainte uniaxiale, il est possible d'établir une relation permettant de reconstruire $\underline{\underline{\varepsilon}}^e$ connaissant $\underline{\underline{\varepsilon}}^{e*}$. L'hypothèse de contrainte uniaxiale sur $\underline{\underline{\sigma}}$ s'exprime dans $(\underline{x}, \underline{y}, \underline{z})$ sous une forme matricielle, en notation de Voigt, de la manière suivante :

$$[\underline{\underline{\sigma}}] = \begin{bmatrix} 0 \\ \sigma_{yy} \\ 0 \end{bmatrix} \quad \text{d'où} \quad \text{trace}(\underline{\underline{\sigma}}) = \sigma_{yy} \quad \text{et} \quad \sigma_{yy} = \frac{3}{2} \sigma_{yy}^* \quad (4.10)$$

On rappelle que dans les axes du cristal, les relations d'élasticité $\underline{\underline{\varepsilon}}^e = \underline{\underline{S}} : \underline{\underline{\sigma}}$ et $\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}} : \underline{\underline{\varepsilon}}^e$ s'expriment sous forme matricielle (en ne considérant que les termes normaux non nuls) de la manière suivante :

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_{xx}^e \\ \varepsilon_{yy}^e \\ \varepsilon_{zz}^e \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E} & \frac{-\nu}{E} & \frac{-\nu}{E} \\ \frac{-\nu}{E} & \frac{1}{E} & \frac{-\nu}{E} \\ \frac{-\nu}{E} & \frac{-\nu}{E} & \frac{1}{E} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \end{bmatrix} \quad \text{et} \quad \begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx}^e \\ \varepsilon_{yy}^e \\ \varepsilon_{zz}^e \end{bmatrix} \quad (4.11)$$

avec

$$E = C_{11} \left(\frac{1 - 3\nu^2 - 2\nu^3}{1 - \nu^2} \right) \quad \text{et} \quad \nu = \frac{1}{1 + \frac{C_{11}}{C_{12}}} \quad (4.12)$$

Les axes du repère sont supposés alignés avec les axes du cristal. En faisant apparaître le déviateur des contraintes $\underline{\underline{\sigma}}^*$:

$$\begin{aligned} \underline{\underline{\varepsilon}}^e &= \underline{\underline{S}} : \underline{\underline{\sigma}} \\ &= \underline{\underline{S}} : \left(\underline{\underline{\sigma}}^* + \frac{1}{3} \text{trace}(\underline{\underline{\sigma}}) \underline{\underline{I}} \right) \end{aligned} \quad (4.13)$$

1. Contrairement aux autres images, le déplacement de corps rigide associé au chargement 0,8 N n'a pas été corrigé physiquement en déplaçant l'éprouvette sous l'objectif du microscope. Il est possible que les distorsions associées au système optique d'acquisition viennent perturber la mesure à ce faible niveau de déformation.

En symétrie cubique, la loi d'élasticité est vérifiée entre les déviateurs, $\underline{\sigma}^* = \underline{C} : \underline{\varepsilon}^{e*}$, d'où :

$$\begin{aligned}\underline{\varepsilon}^e &= \underline{S} : \underline{\sigma}^* + \frac{1}{3} \text{trace}(\underline{\sigma}) \underline{S} : \underline{I} \\ &= \underline{S} : \underline{C} : \underline{\varepsilon}^{e*} + \frac{1}{3} \text{trace}(\underline{\sigma}) \underline{S} : \underline{I} \\ &= \underline{\varepsilon}^{e*} + \frac{1}{3} \text{trace}(\underline{\sigma}) \underline{S} : \underline{I}\end{aligned}\quad (4.14)$$

On cherche maintenant à exprimer la trace du tenseur $\underline{\sigma}$ en fonction de $\underline{\varepsilon}^{e*}$. D'après la relation (4.10) et en exprimant σ_{yy}^* en fonction des composantes de $\underline{\varepsilon}^{e*}$, on obtient :

$$\begin{aligned}\text{trace}(\underline{\sigma}) &= \frac{3}{2} \sigma_{yy}^* \\ &= \frac{3}{2} [C_{11} \varepsilon_{yy}^{e*} + C_{12} (\varepsilon_{xx}^{e*} + \varepsilon_{zz}^{e*})]\end{aligned}\quad (4.15)$$

Par ailleurs, d'après les relations matricielles (4.11), il est également possible d'exprimer $\underline{S} : \underline{I}$ en fonction des composantes de \underline{C} :

$$\begin{aligned}\underline{S} : \underline{I} &= \frac{1 - 2\nu}{E} \underline{I} \\ &= \frac{1}{2(C_{11} + 2C_{12})} \underline{I}\end{aligned}\quad (4.16)$$

Finalement, en substituant les relations (4.15) et (4.16) dans l'équation (4.14), on trouve le lien recherché entre $\underline{\varepsilon}^{e*}$ et $\underline{\varepsilon}^e$:

$$\underline{\varepsilon}^e = \underline{\varepsilon}^{e*} + \left[\frac{C_{11}}{2(C_{11} + 2C_{12})} \varepsilon_{yy}^{e*} + \frac{C_{12}}{2(C_{11} + 2C_{12})} (\varepsilon_{xx}^{e*} + \varepsilon_{zz}^{e*}) \right] \underline{I} \quad (4.17)$$

En utilisant la relation 4.17, le profil moyen de déformation déviatorique mesuré par micro-diffraction Laue est transformé en un profil de déformation élastique complète. Il est maintenant possible de comparer les deux mesures.

4.2.4.2 Comparaison des profils moyens de déformations élastique et totale

La comparaison des profils de déformations totale $\underline{\varepsilon}^t$ et élastique $\underline{\varepsilon}^e$ en fonction du chargement est illustrée par la figure 4.12. Les composantes de $\underline{\varepsilon}^t$ proviennent de la mesure CIN. Le profil $\underline{\varepsilon}^e$ a été reconstruit en supposant un état de contrainte uniaxiale à partir de la mesure de $\underline{\varepsilon}^{e*}$ par microdiffraction Laue. Seules les composantes accessibles par la mesure CIN dans le plan de la surface sont présentées.

Pour les chargements 0,8 N, 1,8 N et 2,6 N, les profils coïncident globalement. La distance moyenne entre les deux mesures est inférieure à 6×10^{-5} , à l'exception des composantes ε_{xx}^{e*} et ε_{xy}^{e*} à 0,8 N où la distance atteint 2×10^{-4} . La composante principale ε_{yy}^t coïncide également avec le segment central des profils ε_{yy}^e pour $F = 3,2$ N et $F = 3,6$ N. La composante ε_{xx}^t suit une tendance similaire avec ε_{xx}^e , bien que l'accord soit moins bon comme en témoigne la différence de pente visible pour le chargement 3,6 N. Les évolutions observées sur ε_{xy}^t semblent décorréliées de l'état constant observé sur ε_{xy}^e .

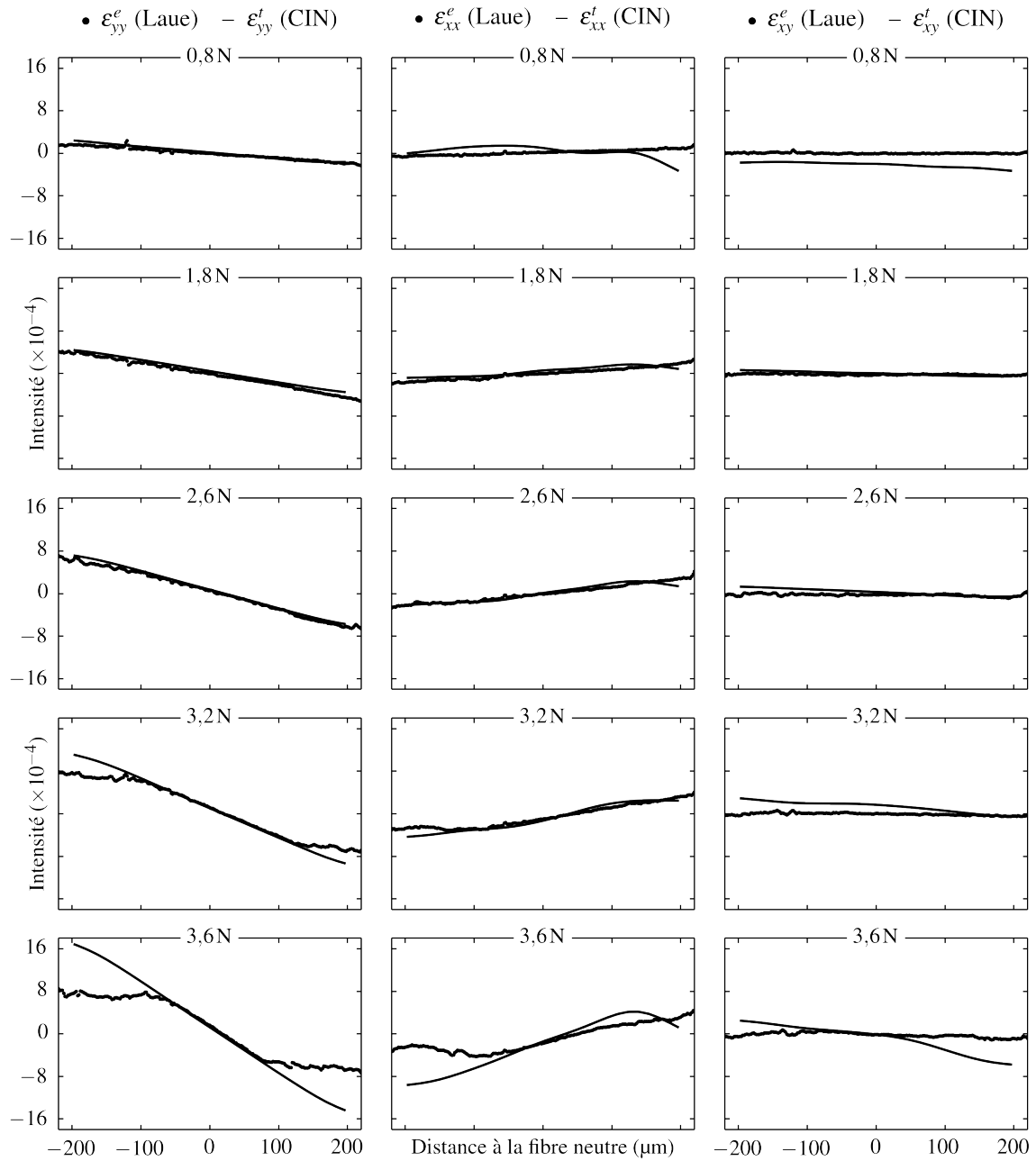


FIGURE 4.12 – Évolution du profil moyen de déformations totales ξ^t et élastiques ξ^e avec le niveau de chargement F (de haut en bas). En abscisse, on indique la position suivant l'axe \underline{x} et en ordonnée la valeur de la composante.

Aux premiers pas de chargement, l'accord entre les mesures ($\xi^t = \xi^e$) montre que la réponse de l'échantillon est purement élastique. Cette affirmation est également vérifiée par la forme linéaire du profil de déformations élastiques et par la réponse macroscopique de l'échantillon² (cf. figure 4.1). L'écart sur les composantes ε_{xx} et ε_{xy} à 0,8 N est attribué à une mesure erronée des déformations totales en CIN.

Dans le domaine élasto-plastique, les profils ε_{yy}^t et ε_{yy}^e coïncident dans la partie centrale de l'échantillon où la réponse du cristal reste élastique. Sur les bords de l'échantillon, l'écart entre les deux mesures témoigne de la présence de déformations plastiques, dont l'intensité augmente avec la distance à la fibre neutre. Il est difficile de statuer sur la signification physique des couples $(\varepsilon_{xx}^t, \varepsilon_{xx}^e)$ et $(\varepsilon_{xy}^t, \varepsilon_{xy}^e)$ car la forme de ces profils ne sont que partiellement en accord avec l'effet Poisson symétrique attendu pour un cristal homogène. Les mesures rendent sans doute compte d'une hétérogénéité de déformation associée à la présence des sous-joints et du champ de déformations résiduelles initial.

4.2.5 Observation du comportement expérimental local

La connaissance simultanée des champs de déformations élastique et totale permet de disposer d'une information sur le comportement du cristal en chaque point de ce champ. En utilisant la loi d'élasticité, la déformation élastique ξ^e permet de déterminer l'état de contrainte σ . À un instant et en un point du cristal, il est donc possible d'évaluer la loi de comportement locale $\sigma = f(\xi^t)$. Afin de caractériser f , la fonction doit être évaluée pour plusieurs valeurs de ξ^t . Dans cette section deux stratégies sont envisagées. Dans la première stratégie, le niveau de déformation totale en un point matériel est modifié, en augmentant le chargement macroscopique de l'éprouvette. Dans la deuxième stratégie, l'hétérogénéité du champs de déformation est utilisée pour étudier le comportement supposé homogène du monocristal.

4.2.5.1 Établissement de la loi de comportement localement en un point

Dans cette première approche, nous souhaitons obtenir la relation de comportement en un point particulier du cristal. À chaque pas de chargement, il est possible d'extraire l'état de déformation totale ξ^t et de calculer le niveau de contrainte σ à partir de la déformation élastique ξ^e . Lorsque le chargement de l'éprouvette augmente, le couple (ξ^t, σ) varie au point matériel considéré, ce qui renseigne sur la relation de comportement. Dans l'essai de flexion, l'état de contrainte est strictement uniaxial et la loi de comportement est bien caractérisée par la relation scalaire $\sigma_{yy} = f(\varepsilon_{yy}^t)$.

La figure 4.13 illustre la façon dont la fonction f est évaluée pour deux positions particulières dans le profil. Chaque point de la courbe correspond à l'état mécanique présent à la position observée pour un niveau de chargement donné. Comme le champ de déformation est hétérogène, l'espace (ξ^t, σ) n'est pas exploré de la même façon suivant la position considérée. Cependant, le comportement mesuré à $x = -130 \mu\text{m}$ est identique à celui observé à $x = -110 \mu\text{m}$. Cette constatation est cohérente car a priori le comportement du monocristal est identique en tout point. De plus, l'influence des sous-grains a été gommée lors du traitement des données.

2. Dans le domaine élastique, la relaxation observée à l'arrêt du chargement est attribuée à un défaut du prototype de machine de flexion utilisé. Cette relaxation "machine" n'a donc pas d'origine physique dans l'échantillon, comme le corroborent les données de la figure 4.12.

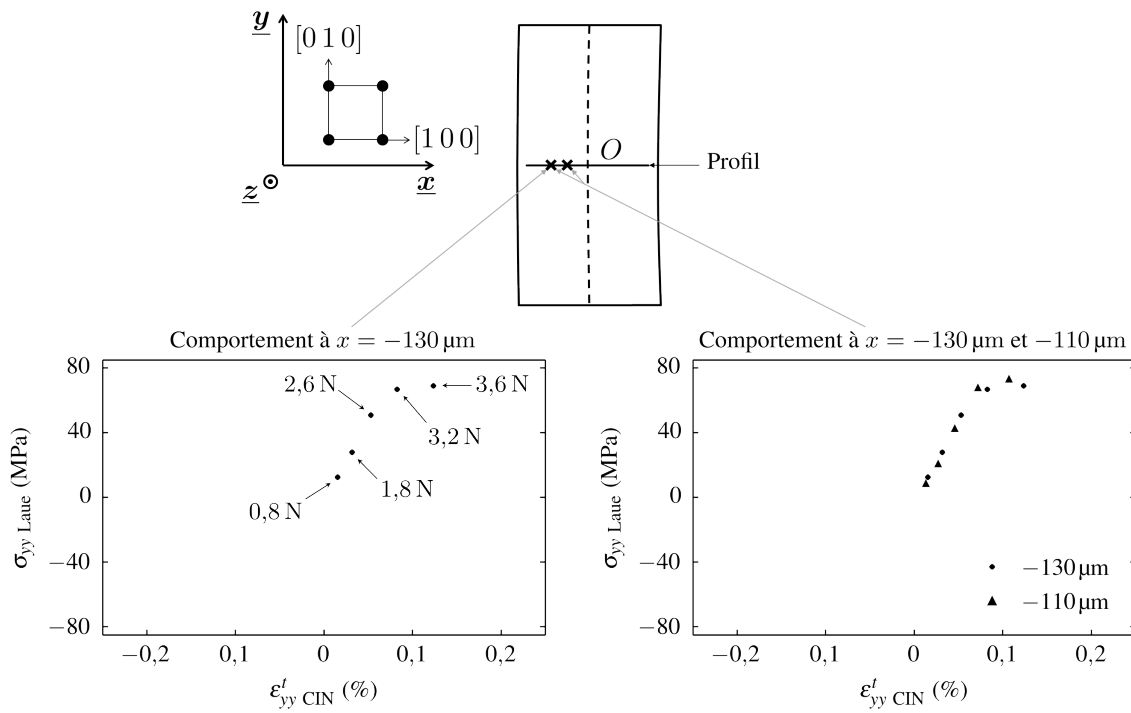


FIGURE 4.13 – Mesure de la relation de comportement $\sigma_{yy} = f(\epsilon_{yy}^t)$ aux positions $x = -130 \mu\text{m}$ et $x = -110 \mu\text{m}$ dans le profil. La contrainte σ_{yy} est calculée à partir de l'état de déformations élastiques mesuré par microdiffraction Laue. La déformation totale ϵ_{yy}^t est estimée par la mesure CIN. À chaque pas de chargement, l'état mécanique local $(\sigma_{yy}, \epsilon_{yy}^t)$ est reporté dans le graphique.

La force de la première approche est l'aspect local de la mesure du comportement. Il est cependant nécessaire de faire évoluer le niveau de déformation local un grand nombre de fois, ce qui implique généralement de réaliser un essai mécanique in-situ en parallèle des mesures de champs.

4.2.5.2 Mesure du comportement dans le champ hétérogène

Dans cette seconde approche, l'hétérogénéité du champ de déformation, à un niveau de chargement donné, est utilisée pour caractériser le comportement. Ce dernier est supposé homogène dans la partie de l'échantillon observée. En chaque point du champ mécanique hétérogène, le cristal est soumis à un couple (ε^t, σ) différent. Le relevé de ces valeurs en plusieurs endroits du champ permet de reconstruire directement la loi de comportement, pour un intervalle de ε^t présent dans le champ.

La figure 4.14 montre le résultat de cette approche sur les profils de déformations mesurés à 3,6 N. Avec seulement une mesure des champs de déformations élastiques et totales, la fonction $\sigma_{yy} = f(\varepsilon_{yy}^t)$ est caractérisée par un grand nombre de points. La superposition des résultats aux cinq pas de chargement montre que le pas de chargement utilisé pour reconstruire les données n'influence pas le comportement mesuré. Néanmoins, plus l'étendue des états de déformations rencontrés est grande et plus la quantité d'information récoltée sur la loi de comportement est importante.

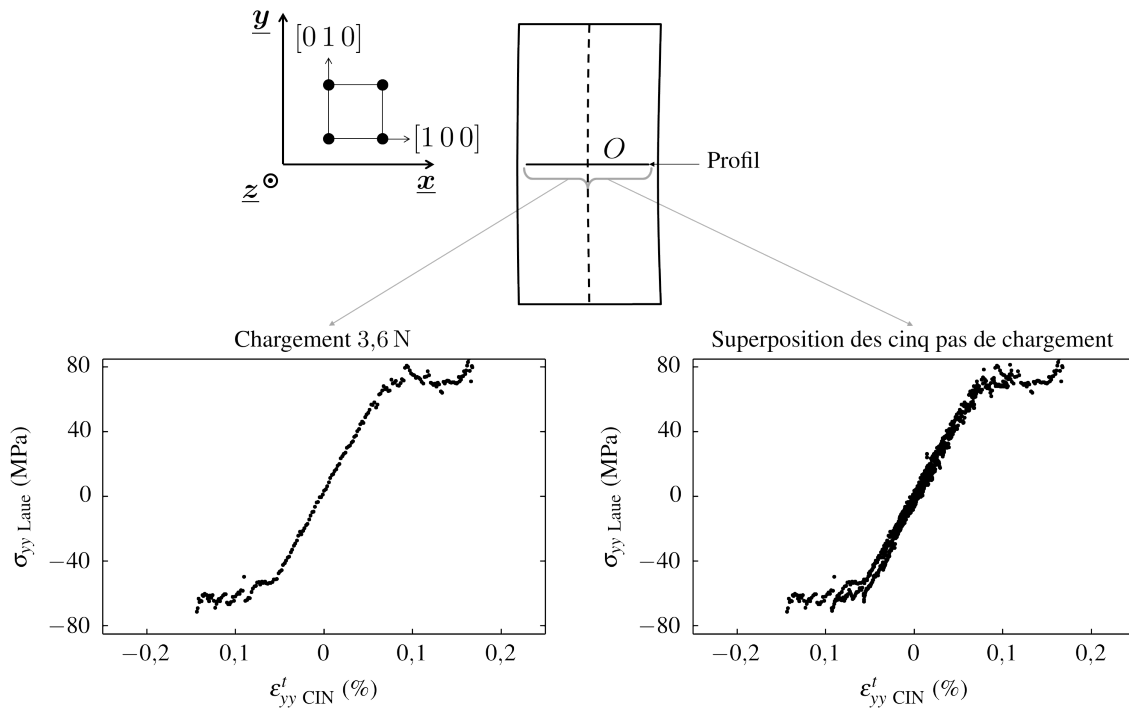


FIGURE 4.14 – Mesure de la relation $\sigma_{yy} = f(\varepsilon_{yy}^t)$ dans une zone de l'échantillon au comportement homogène. La contrainte σ_{yy} est calculée à partir de l'état de déformations élastiques mesuré par microdiffraction Laue. La déformation totale ε_{yy}^t est estimée par la mesure CIN. Les couples $(\sigma_{yy}, \varepsilon_{yy}^t)$ sont extraits sur toute la longueur du profil.

Cette approche permet d'obtenir le comportement à l'aide d'un seul pas de chargement, en utilisant la richesse des mesures de champ. Cependant, il est nécessaire d'observer une zone dans laquelle le comportement est homogène (e.g. centre du grain éloigné des interfaces dans un polycristal) et de solliciter l'échantillon de manière à créer un champ de déformation hétérogène.

4.2.5.3 Caractéristiques du comportement du monocristal

La figure 4.15 présente les caractéristiques élémentaires du comportement mesuré à l'échelle locale dans le monocristal. La courbe $\sigma_{yy} = f(\varepsilon_{yy}^t)$ considérée ici est celle observée à la figure 4.14. Elle est obtenue en superposant l'information de tous les points du profil, aux 5 niveaux de chargement.

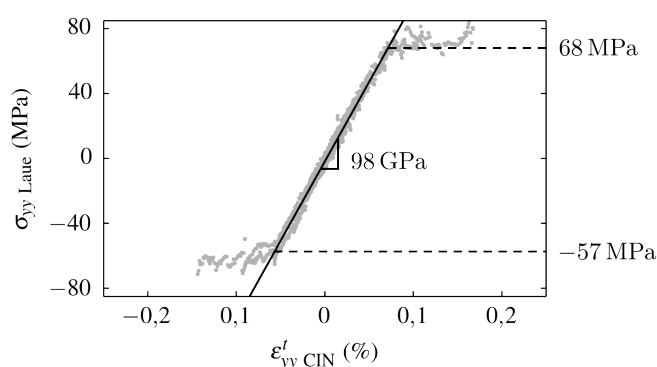


FIGURE 4.15 – Comportement du monocristal mesuré à l'échelle locale en couplant champs de déformations élastiques et totales (en gris). La totalité des points du profil aux cinq niveaux de chargement est reportée dans le graphique. La pente de la partie élastique est estimée par régression linéaire. Les limites d'élasticité en traction et compression sont fixées manuellement.

Dans la loi de comportement, la partie linéaire correspond au domaine élastique ($-57 \text{ MPa} < \sigma_{yy} < 68 \text{ MPa}$). Par régression linéaire, la pente de ce segment est estimée à 98 GPa. Cette valeur est proche du module d'Young théorique calculé dans la direction cristallographique $[100]$ (102 GPa). Cette quasi-égalité est une conséquence du bon accord observé entre les mesures Laue et CIN dans la partie élastique de l'échantillon (cf. figure 4.12).

Le franchissement de la limite d'élasticité est mis en évidence par la rupture de pente observée aux extrémités de la partie linéaire. En traction, elle est détectée autour de 68 MPa. En compression, elle se situe autour de 57 MPa. L'origine physique de cette dissymétrie n'est pas établie. En outre, un décalage de l'ordre de 5 MPa sur σ_{yy} peut être provoquée par une erreur de mesure de l'ordre de 5×10^{-5} sur ε^e . Cette fidélité n'est garantie en microdiffraction Laue que dans des conditions optimales. De plus, un défaut sur la position spatiale relative lors du couplage des champs peut vraisemblablement être à l'origine d'un tel décalage.

Dans la courbe, 95 % des points se situent à moins de 6,5 MPa du comportement moyen.

Bilan

Le profil de déformation présent dans l'épaisseur d'un monocristal sollicité en flexion, est mesuré simultanément par microdiffraction Laue conventionnelle et CIN. Les déformations élastiques et totales ainsi observées sont ensuite lissées afin de pouvoir être comparées. Le champ de

contrainte est supposé être strictement uniaxial, comme attendu dans un essai de flexion. Un accord inférieur à 6×10^{-5} est obtenu entre les deux mesures lorsque la réponse du cristal demeure élastique. Dans les parties élasto-plastiques, l'écart observé témoigne de la déformation plastique présente.

L'évolution avec le chargement des profils de déformations élastique et totale est utilisée pour étudier le comportement local du cristal en un point. Dans le cas du monocristal, ce comportement ne dépend pas de la position dans l'échantillon. Par conséquent, le comportement peut également être caractérisé en utilisant le caractère hétérogène du champ observé, en considérant seulement un pas de chargement.

4.3 Identification des paramètres

Dans cette section, le comportement expérimental observé localement est utilisé pour identifier deux paramètres de la loi de comportement. Dans un premier temps les paramètres à identifier sont sélectionnés, à l'aide d'une étude de sensibilité sur la réponse simulée avec la loi viscoplastique. Deux paramètres identifiables sont ensuite ajustés sur le comportement expérimental local. Cette identification est réalisée sur un calcul de point matériel, à partir d'informations obtenues à l'échelle où la loi est généralement utilisée dans un calcul en champ complet. Pour valider la démarche, la réponse du comportement identifiée est comparée au comportement macroscopique déterminé en traction du monocristal.

4.3.1 Sélection des paramètres

Les grandeurs considérées comme paramètres de la loi de comportement sont rassemblées dans le tableau 4.2. Dans cet ensemble, il est nécessaire de choisir judicieusement les paramètres à identifier en fonction des informations apportées par la réponse expérimentale dont nous disposons.

4.3.1.1 Paramètres physiques du cristal

Les paramètres physiques associés à la structure et au comportement élastique du cristal (ν , μ et b) sont généralement connus avec une bonne précision. À partir des constantes C_{ij} du tableau 2.3, le calcul fournit $\mu = 119$ GPa et $\nu = 0,39$. Le vecteur de Burgers est estimé pour un acier austénitique à $b = 2,54$ Å [168]. Ces paramètres sont considérés comme fixes.

4.3.1.2 Paramètres microstructuraux

L'état métallurgique du monocristal est caractérisé par la densité de dislocations initiale ρ_{initial} . Cette densité a été évaluée dans notre matériau par microscopie électronique à transmission (cf. section 2.1.2.3). Le résultat de cette étude montre que $\rho_{\text{initial}} < 1,6 \times 10^{10} \text{ m}^{-2}$. L'incertitude sur cette valeur provient de la méthode d'observation et de la taille de l'échantillon qui limitent la représentativité des résultats. Il est envisageable d'ajuster ce paramètre par l'identification.

La friction de réseau est très dépendante de la composition chimique et de la concentration en éléments interstitiels. D'après une estimation générale pour les aciers austénitiques, τ_f peut être de l'ordre de 20 MPa [168]. Cette valeur a cependant été mesurée dans un acier 316L polycristallin à 95 MPa [176]. Le paramètre τ_f est difficilement accessible expérimentalement et peut varier

fortement d'un matériau à l'autre. Il est un candidat sérieux pour la procédure d'identification. Étant donnée la limite d'élasticité apparente du monocristal (~ 60 MPa), la valeur $\tau_f = 20$ MPa est considérée comme sensée.

4.3.1.3 Paramètres liés à l'écoulement

L'identification des paramètres visco-plastiques $\dot{\gamma}_0^s$ et n nécessite des essais expérimentaux à plusieurs vitesses de déformation, dont on ne dispose pas. La valeur de $\dot{\gamma}_0^s$ préconisée [168] est donc retenue : $\dot{\gamma}_0^s = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Le respect strict de la physique impose $n \approx 200$ [168]. Cependant, cette valeur n'est pas compatible avec les contraintes numériques d'intégration de la loi. La valeur $n = 20$ lui est préférée car elle permet de conserver un comportement quasi-équivalent pour un coût de calcul moindre [170].

4.3.1.4 Paramètres d'écrouissage

Les coefficients a_i de la matrice d'interaction et le coefficient moyen λ peuvent être déterminés par DDD. Ce type de calcul, basé sur une représentation discrétisée des dislocations, est bien adapté car les coefficients témoignent d'interactions individuelles entre dislocations. Les valeurs rapportées par [174], évaluées pour une densité $\rho^{\text{ref}} = 10^{12} \text{ m}^{-2}$, sont retenues et considérées constantes.

Le paramètre R , qui gouverne les phénomènes de restauration, est également fixé à sa valeur préconisée $R = 2,5 \text{ \AA}$ [168]. En effet, ce paramètre a une influence sur le comportement lorsque la densité de dislocations est forte, pour de grandes déformations plastiques. Ici, le comportement dans la transition élasto-plastique est étudié et le mécanisme de restauration n'est pas activé.

Les paramètres d'écrouissage A et B peuvent également être calibrés par des calculs de DDD [168]. Contrairement aux coefficients d'interaction, ces paramètres rendent compte de comportements collectifs de la population de dislocation. Ils nécessitent de réaliser des calculs sur un grand nombre de dislocations et pour des niveaux de déformation relativement importants, ce qui pose problème pour les calculs de DDD. En outre leur valeur dépend du matériau considéré. Dans le cas des aciers austénitiques les estimations suivantes ont été obtenues : $A = 0,13$ et $B = 0,005$. Ces paramètres semblent pouvoir bénéficier d'une identification.

4.3.1.5 Étude de sensibilité

Les paramètres dont la valeur est considérée fixe sont rassemblés dans le tableau 4.3. Quatre paramètres, rassemblés dans le tableau 4.4, sont donc des candidats pour la procédure d'identification : ρ_{initial} , τ_f , A et B . Afin de déterminer lesquels de ces paramètres sont identifiables, une étude de sensibilité est réalisée. Cette étude consiste à étudier l'influence d'une erreur dans la valeur des paramètres incertains sur la réponse de la loi de comportement.

Pour cette étude de sensibilité, une sollicitation uniaxiale en traction suivant l'axe $[100]$ est imposée à un calcul de point matériel. Cette configuration est identique à celle obtenue localement dans la partie en traction de l'éprouvette de flexion. Une vitesse de sollicitation quasi-statique ($6,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$), représentative de la valeur expérimentale, est utilisée. La réponse de la loi est observée dans la transition élasto-plastique ($\varepsilon^t < 0,2 \%$).

La figure 4.16 présente l'influence d'une variation de 30% des paramètres, par rapport aux valeurs du tableau 4.4, sur le résultat du calcul. La réponse est très peu influencée par la variation

Identification des paramètres

μ	ν	$\dot{\gamma}_0^s$	n	R	b
119 GPa ³	0,39	10^{-3} s^{-1}	20	2,5 Å	2,54 Å
a_p	a_c	a_g	a_h	a_l	λ
0,124	0,625	0,137	0,122	0,07	0,35

TABLEAU 4.3 – Valeurs des paramètres fixes de la loi de comportement

ρ_{initial}	τ_f	A	B
$1,6 \times 10^{10} \text{ m}^{-2}$	20 MPa	0,13	0,005

TABLEAU 4.4 – Valeurs initiales des paramètres incertains de la loi de comportement

des paramètres ρ_{initial} et B . Le τ_f perturbe la limite d'élasticité mais pas la pente d'écrouissage. Le coefficient A a un impact seulement sur la pente d'écrouissage.

L'insensibilité au paramètre B s'explique car la sollicitation utilisée provoque un glissement multiple. L'écrouissage coplanaire, prépondérant dans un cas de glissement simple, devient alors négligeable devant l'écrouissage attribué aux systèmes sécants. L'insensibilité relative à la valeur de ρ_{initial} provient de la faible quantité de dislocations initiales, ce qui induit peu d'interactions entre ces dernières. Le nombre d'interactions augmente ou diminue donc relativement peu avec la variation du nombre de dislocations dans ce domaine. La contribution à la scission critique de la forêt de dislocations τ_d^s est seulement de 1,8 MPa au début de l'essai. Cette valeur est faible devant la friction de réseau $\tau_f = 20$ MPa. La mise en regard de ces deux valeurs permet également de comprendre la forte dépendance du résultat à τ_f puisque initialement $\tau_c \approx \tau_f$. Comme la réponse n'est pas sensible à la variation de ρ_{initial} et B , ces paramètres ne seront pas identifiés.

L'identification est donc réalisée sur τ_f et A . Ces deux paramètres peuvent être ajustés simultanément car la réponse de la loi est sensible de manière différente à leur variation.

4.3.2 Identification sur le comportement expérimental local

La friction de réseau τ_f et le paramètre d'écrouissage A sont identifiés sur le comportement expérimental local à partir d'un calcul de point matériel par approche inverse.

De manière à simuler un essai monotone, la partie en traction est extraite du comportement local. Comme l'illustre la figure 4.17, les données sont lissées par moyenne glissante sur une fenêtre d'une largeur de 0,02 % puis ré-échantillonnées pour obtenir un jeu de 25 points distribués de manière homogène suivant ε_{yy}^t .

Les données expérimentales sont ensuite comparées à un calcul de point matériel, sollicité suivant l'axe $\underline{y} = [100]$ à une vitesse de $6,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Les paramètres τ_f et A sont ajustés par une méthode variationnelle (3D-VAR) en minimisant l'écart entre la réponse expérimentale et simulée. Les valeurs des paramètres rassemblés dans le tableau 4.4 sont utilisés comme point de départ (ébauche). L'algorithme converge en quelques minutes vers les valeurs $\tau_f = 25,5$ MPa et

3. Dans la version actuelle de Code_Aster 12.3.0, la valeur du paramètre μ est fixée comme la constante d'élasticité C_{44} qui est renseignée par l'utilisateur pour définir le comportement élastique cubique. La valeur $\mu = 119$ GPa est ici surévaluée par rapport à la valeur du module de cisaillement effectif ~ 80 GPa qui devrait être utilisée [168]. Une version du code permettant de renseigner μ à sa valeur physique est en cours d'implémentation.

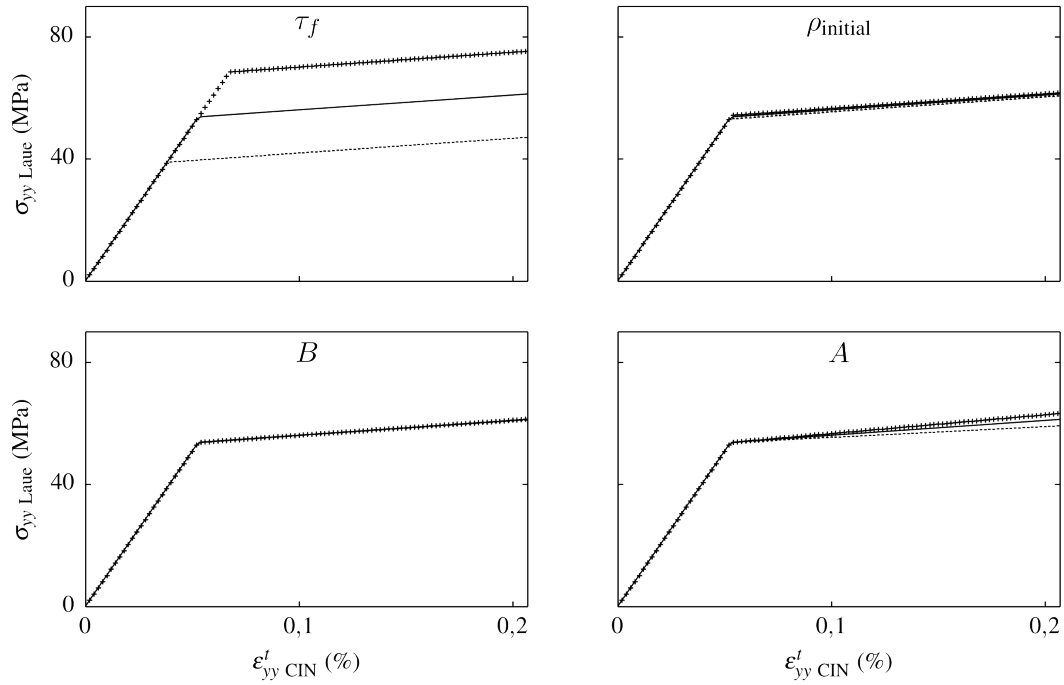


FIGURE 4.16 – Étude de sensibilité sur la réponse en traction de la loi de comportement. Sur chaque graphique, la réponse associée aux paramètres du tableau 4.4 est perturbée de +30% et -30%.

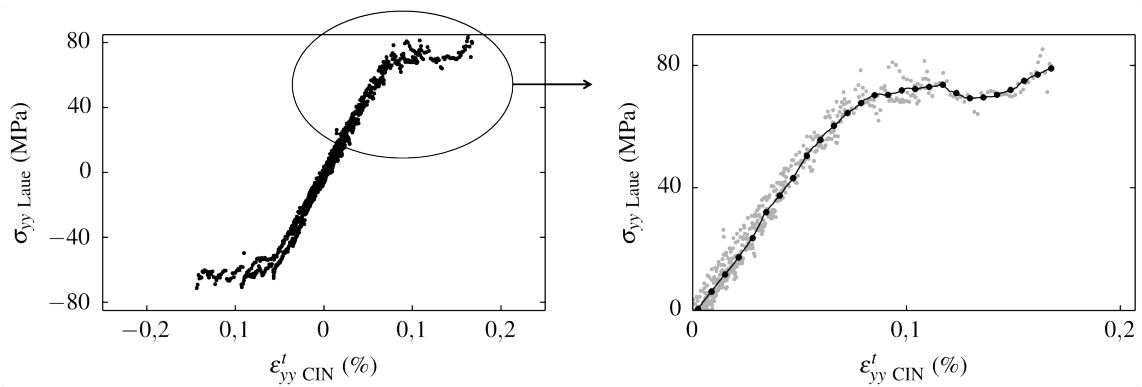


FIGURE 4.17 – Préparation du jeu de données expérimentales pour la procédure d'identification. Le nuage de point dans la partie en traction est lissé par moyenne glissante puis ré-échantillonné.

$A = 0,247$. Le résultat de l'identification est présenté en figure 4.18. En ajustant deux paramètres, la loi de comportement décrit correctement les données cibles expérimentales.

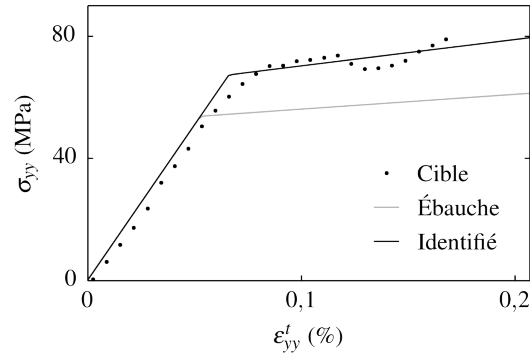


FIGURE 4.18 – Résultat de la procédure d'identification. Les paramètres τ_f et A sont ajustés pour que le comportement décrive au mieux les données expérimentales cibles.

4.3.3 Validation sur la réponse macroscopique en traction

Afin de valider l'identification des paramètres τ_f et A , la réponse de la loi en traction monotone est comparée à la réponse expérimentale évaluée à l'échelle macroscopique dans la section 2.1.3.4. En effet, comme l'échantillon est un monocristal, le comportement macroscopique est identique au comportement local. Si l'identification à l'échelle locale est réussie, la loi doit permettre de prédire la réponse mesurée indépendamment sur les éprouvettes de traction Trac1 et Trac2. Le calcul est réalisé sur un point matériel à une vitesse quasi-statique ($\sim 10^{-4} \text{ s}^{-1}$). La comparaison entre la simulation et les données est présentée à la figure 4.19.

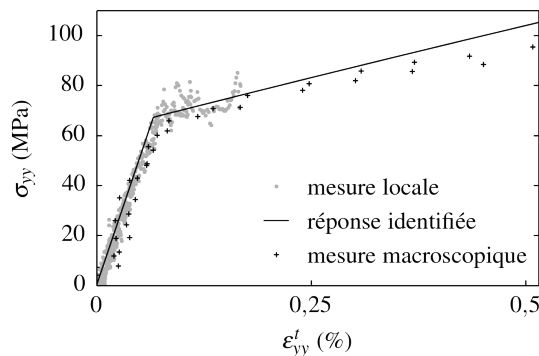


FIGURE 4.19 – Comparaison du comportement local mesuré en flexion, de la réponse identifiée de la loi de plasticité cristalline et du comportement macroscopique mesuré en traction.

Pour une déformation totale inférieure à 0,5 %, la loi identifiée sur le comportement local décrit correctement la réponse macroscopique en traction. Le comportement simulé surestime cependant le niveau de contrainte d'une valeur comprise entre 1 et 10 MPa. Il est probable que cet écart soit une conséquence de la dissymétrie observée sur le comportement local utilisé pour l'identification (cf. figure 4.15). Cette dissymétrie d'environ 5 MPa fait apparaître la limite d'élasticité en traction

plus élevée qu'en compression. Elle provient vraisemblablement d'un artefact dans les mesures ou la procédure de couplage des champs.

Le bon accord entre les trois éléments de la figure 4.19 montre que le comportement a été correctement identifié dans la transition élastoplastique, pour des sollicitations suivant l'axe $[100]$ du cristal. Par ailleurs, les techniques (CIN et microdiffraction Laue) mises en œuvre à l'échelle microscopique fournissent une mesure du comportement comparable en termes de justesse et de fidélité à la mesure macroscopique.

Bilan

La friction de réseau τ_f et le paramètre d'écrouissage A ont été identifiés sur le comportement local mesuré dans la section 4.2. Cette identification est réalisée par un calcul de point matériel, sans faire appel à un maillage éléments finis. Après calibration, la loi permet de prédire la réponse des essais de traction, réalisés de manière indépendante à l'échelle macroscopique, sur les monocristaux Trac1 et Trac2. L'identification est fructueuse car le comportement local est mesuré avec une incertitude satisfaisante, suivant l'axe $[100]$ du cristal pour de faibles déformations plastiques.

4.4 Conclusion

Une approche originale a été employée pour identifier deux paramètres (τ_f et A) de la loi viscoplastique développée à EDF pour simuler le comportement cristallin des aciers austénitiques.

Dans un premier temps, le comportement expérimental à l'échelle du micron est observé en couplant des mesures de champs de déformations élastique et totale. Le profil de déformation présent dans l'épaisseur d'un monocristal sollicité en flexion, est mesuré simultanément par microdiffraction Laue conventionnelle et CIN. L'évolution avec le chargement des profils de déformations élastique et totale est utilisée pour étudier le comportement local du cristal en un point. Comme l'échantillon est un monocristal, le comportement homogène est également caractérisé en utilisant le caractère hétérogène du champ observé.

L'identification est réalisée par un calcul de point matériel, sur le comportement expérimental local observé pour une sollicitation suivant l'axe $[100]$ du cristal à faibles déformations plastiques. La loi identifiée permet de prédire la réponse de deux essais de traction indépendants, réalisés à l'échelle macroscopique, validant ainsi la démarche employée.

Conclusion

Conclusions et perspectives

La simulation du phénomène de localisation de la déformation dans les polycristaux est dépendante de la loi de plasticité utilisée pour décrire le comportement monocristallin à l'échelle du grain. Une méthode originale permettant d'identifier les paramètres d'une telle loi est présentée dans ce manuscrit. L'observation expérimentale du comportement local d'un monocristal d'acier austénitique 316L est réalisée en couplant des mesures de champ de déformations élastique et totale. Les déformations élastiques permettent d'évaluer l'état de contrainte et sont mesurées avec les techniques de microdiffraction Laue et d'EBSD à haute résolution angulaire. La connaissance du champ de contrainte, couplée aux mesures de déformation totale par corrélation d'images, est employée pour déterminer directement la relation locale de comportement. Deux paramètres de la loi viscoplastique à seuil utilisée à EDF pour simuler la réponse des aciers austénitiques ont été identifiés à partir du comportement expérimental local.

Bilan du travail réalisé

Le développement instrumental, mené en collaboration avec les partenaires de l'ANR Microstress, a permis la réalisation de deux essais in-situ en microdiffraction Laue et une série d'acquisitions en HR-EBSD. Les éprouvettes monocristallines Flex1 et Flex2 ont été préparées selon un protocole élaboré pour : (i) satisfaire les conditions de réussite des acquisitions HR-EBSD et Laue-DIC et (ii) créer un contraste adapté pour la corrélation d'images à l'aide d'un dépôt de mouchetis. Une machine de flexion conçue pour réaliser des essais in-situ au synchrotron et dans le MEB, a été utilisée. Un porte-échantillon spécifique a permis d'obtenir par HR-EBSD une mesure des déformations élastiques en balayage faisceau sur de grandes cartographies (500 μm).

La justesse des mesures de déformations élastiques a été évaluée, pour la première fois dans le matériau plastifié, à $3,2 \times 10^{-4}$. Cette valeur est déterminée en comparant deux mesures indépendantes du même profil de déformation par Laue-DIC et HR-EBSD. Le niveau de plasticité observé reste inférieur à 0,5 %. Des précautions sont prises pour s'assurer de la fiabilité et de la représentativité des mesures. En particulier, à l'aide d'un modèle mécanique analytique, le comportement du cristal en flexion (identifié sur le champ de déformation élastique) est comparé au comportement du monocristal en traction.

Les mesures HR-EBSD apparaissent sensibles aux champs de rotation localisés autour des traces de glissement. Par une étude faisant appel à l'imagerie et à la caractérisation de dislocations dans le MEB (technique ECCI), il a été montré que le saut d'orientation associé à une trace est concentré autour de la normale au plan de glissement. En supposant que ce caractère est général, la technique HR-EBSD peut être utilisée pour détecter et caractériser les plans de glissement activés en surface.

Afin de mesurer le comportement local du cristal, les champs de déformations totales et de déformations élastiques ont été acquis simultanément lors d'un essai in-situ, à des échelles comparables. Le champ de déformation totale provient d'une analyse CIN des images optiques de la surface. La déformation élastique est obtenue par microdiffraction Laue conventionnelle. Dans le cas de flexion pure étudié, le champ de contrainte est uniaxial et les deux mesures peuvent être comparées. Un accord inférieur à 6×10^{-5} est atteint dans le domaine élastique, lorsque la déformation totale ε^t est égale à la déformation élastique ε^e . Le comportement local du cristal en un point est obtenu en considérant l'évolution de ε^t et ε^e avec le chargement. Dans le cas du monocristal, comme le comportement est homogène, ce dernier est également caractérisé en utilisant l'hétérogénéité des champs observés à un pas de chargement dans l'essai de flexion.

Le comportement expérimental a permis d'identifier deux paramètres de la loi de plasticité cristalline utilisée à EDF pour simuler le comportement des aciers austénitiques présents dans le cœur des réacteurs nucléaires. Cette identification est réalisée à partir d'informations strictement locales par un calcul de point matériel, sans faire appel à un maillage éléments finis. Deux champs de nature différente sont utilisés : le champ cinématique et le champ statique de contrainte.

Limites de l'étude et perspectives

Plusieurs barrières technologiques concernant le travail présenté dans ce manuscrit sont aujourd'hui dépassées. Un microscope optique optimisé pour l'acquisition d'images CIN est disponible sur le dispositif de microdiffraction de la ligne BM32 à l'ESRF. Son utilisation permet un déroulement fluide des essais in-situ : il n'est plus nécessaire de déplacer l'éprouvette en charge entre deux postes d'observation pour mesurer chaque champ. La machine de flexion développée dans l'ANR Microstress possède un capteur de déplacement, son pilotage et les acquisitions sont réalisés dans une interface utilisateur. Pour permettre la réalisation d'essais in-situ en HR-EBSD, cette machine a été intégrée par N.L. Phung dans un MEB à l'École des mines de Saint-Étienne. Un dispositif similaire est maintenant disponible à EDF.

Dans cette étude, un faible taux de plasticité est exploré ($< 0,5\%$). Cependant, aucun verrou qui limiterait sa mise en œuvre pour des niveaux de déformation plus importants n'a été atteint. La sollicitation peut être appliquée en augmentant le déplacement macroscopique ou en utilisant une éprouvette plus large, sans changer fondamentalement les conditions d'acquisition. Néanmoins, plusieurs difficultés peuvent être anticipées. La justesse des mesures de déformations élastiques tend à diminuer avec le niveau de déformation plastique (présence de gradients de rotation, ordre cristallin détérioré dans la sonde). En grandes transformations, un formalisme commun à toutes les techniques concernant la définition des rotations et des déformations devra être sélectionné. Enfin, l'apparition de rugosité modifiant la forme de la surface n'est pas compatible avec le modèle HR-EBSD actuel.

La forme du champ de contrainte uniaxiale étudié a été utilisée pour reconstruire le comportement. Le caractère d'uniaxialité n'est pas général. Il est utilisé ici pour palier l'indétermination sur la partie hydrostatique du tenseur de déformation élastique. En microdiffraction Laue, des techniques se développent pour accéder à cette information avec un allongement limité du temps d'acquisition [54]. En HR-EBSD, l'hypothèse de contrainte plane est habituellement appliquée en lieu et place de notre hypothèse, en supposant que le gradient de déformation sous la surface est négligeable par rapport à la taille de sonde en profondeur (~ 25 nm).

Certaines limites proviennent des techniques de mesures de déformation élastique. En HR-

EBSD, la déformation observée est relative à l'état du point de référence. Cet état demeure souvent inconnu, à l'exception des champs qui comportent des gradients d'orientation dans lesquels sa détermination est possible [181]. Le couplage avec les mesures du champ de déformation totale pourrait peut-être apporter une solution à ce problème, dans les cas où la déformation, supposée nulle en début d'essai, reste élastique dans une partie de l'échantillon. Les travaux permettant l'amélioration de la fidélité ou de la justesse des mesures ont par ailleurs un impact prévisible sur la qualité de l'observation du comportement. Des études sont menées dans le projet Microstress pour (i) développer les mesures 3D surfaciques qui permettent de traiter les gradients d'orientation sous la surface [51] et (ii) améliorer les techniques de calibration [45].

Un traitement a été nécessaire pour que les champs examinés par CIN et microdiffraction Laue reflètent un état mécanique à une échelle comparable dans le matériau. Une superposition plus directe serait obtenue en réalisant les mesures CIN avec une meilleure résolution spatiale, en veillant à ne pas dégrader la justesse des mesures. Réciproquement, augmenter la taille de sonde des techniques de diffraction ne semble pas judicieux : la qualité des mesures serait certainement diminuée à cause du désordre cristallin plus important dans le volume analysé. Une perspective pour améliorer la superposition des deux champs consiste à utiliser l'information CIN pour suivre le déplacement des points matériels et ainsi adapter la cartographie de déformation élastique à l'évolution du champ plastique.

Le comportement observé durant l'essai Flex2 permet une identification partielle de la loi de plasticité cristalline. Seule la réponse en glissement multiple dans la direction $[1\ 0\ 0]$ est caractérisée. Une identification plus complète nécessiterait d'observer la réponse dans plusieurs directions, à l'aide d'essais de flexion similaires. Cependant, lorsque la direction locale de sollicitation n'est plus un axe de symétrie du cristal, la réponse macroscopique en flexion perd également sa symétrie. Des phénomènes comme la migration de la fibre neutre avec le chargement peuvent apparaître. Le caractère visqueux de la déformation n'a pas été étudié. Ce caractère est pourtant mis en évidence par le phénomène de relaxation de l'éprouvette lors de l'interruption du chargement. Appliquer les techniques de diffraction à des essais non-quasi statiques semble inenvisageable en raison du temps d'acquisition des données.

Application à l'étude des phénomènes de localisation

La méthode explorée dans ce manuscrit doit permettre d'enrichir les modèles décrivant le phénomène de localisation de la déformation dans les polycristaux, de deux façons : en permettant l'identification directe du comportement intragranulaire et en fournissant un outil pour l'étude du comportement des interfaces (e.g. joints de grain). La réussite de ces deux approches est conditionnée à la validation de la justesse des mesures de déformations élastiques dans la gamme de sollicitation étudiée.

Imaginons une application au cas polycristallin dans une approche locale de la plasticité. Les paramètres du comportement intragranulaire sont ajustés sur le matériau massif, dans un état métallurgique identique à celui utilisé en service. Sa nuance chimique et son histoire thermomécanique sont donc prises en compte. L'essai mécanique in-situ est réalisé à l'échelle macroscopique. Les conditions locales de sollicitation obtenues sont donc réalistes et les effets de taille évités. Si le comportement intragranulaire est homogène loin des joints de grains, l'identification peut bénéficier de l'hétérogénéité du champ mécanique et limiter ainsi le nombre de pas de chargement. Chaque point du champ est néanmoins soumis à son propre trajet de chargement et la sollicitation

locale doit rester relativement constante en terme de biaxialité pour en tirer partie.

Dans une approche non-locale de la plasticité, le comportement à proximité des interfaces joue un rôle important. Comme nous l'avons illustré au chapitre 3 pour les traces de glissement, la résolution spatiale des techniques de diffraction (en particulier de l'HR-EBSD) semble adaptée pour mesurer l'influence de ces éléments microstructuraux sur le comportement local. Afin de valider cette hypothèse en microdiffraction Laue sur le cas d'un joint de grain, une série d'essai a été menée sur des bicristaux et des polycristaux à gros grain (cf. figure III). Si les résultats de cette étude sont concluants, obtenir des informations expérimentales permettant de raffiner la description du comportement à proximité des joints de grains dans les modèles éléments finis est une perspective de moyen terme.

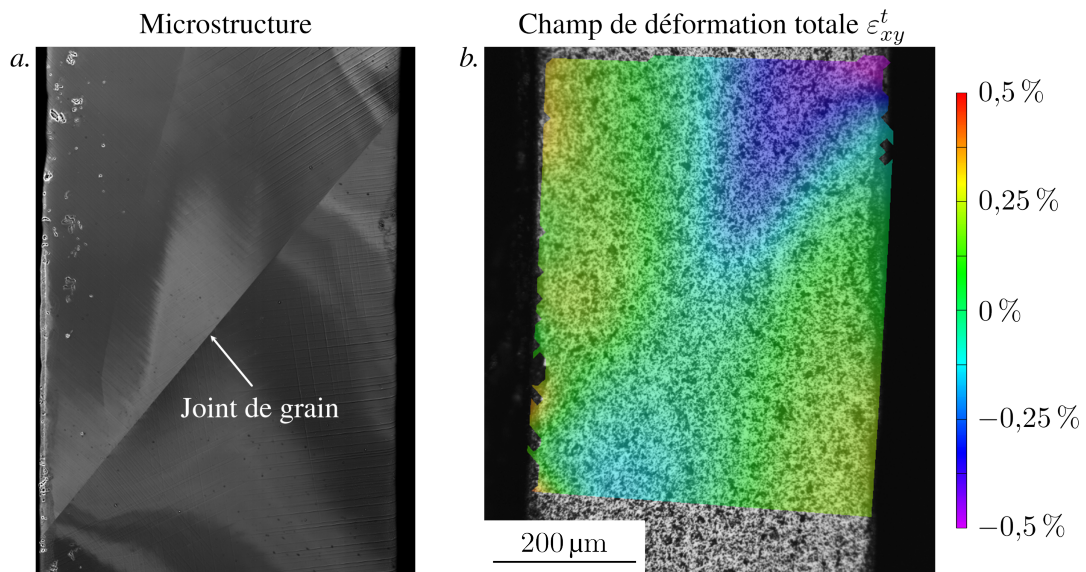


FIGURE III – Étude du comportement local sur un bicristal par la méthode de couplage des champs. *a.* Image en électrons rétrodiffusés permettant de visualiser le joint de grain et les traces de glissement activées. *b.* Hétérogénéité du champs de déformation totale révélée par CIN.

Annexe A

Définition des termes de métrologie utilisés pour qualifier les mesures

Dans la littérature, les notions rencontrées pour qualifier les mesures possèdent une acception qui varie fortement suivant les auteurs. Dans ce manuscrit, le vocabulaire utilisé tente d'intégrer au mieux les termes définis dans le texte de référence du "Vocabulaire international de métrologie" [182], en particulier "justesse", "fidélité" et "résolution". Cette annexe présente la façon dont ces termes ont été interprétés et utilisés.

Sommaire

A.1 Définitions tirées du vocabulaire international de métrologie	170
A.2 Modèle de mesure adopté et définition des erreurs	170
A.3 Acception des termes "justesse" et "fidélité" dans le manuscrit	171

A.1 Définitions tirées du vocabulaire international de métrologie

Les deux notions principalement utilisées dans le manuscrit pour qualifier les mesures de déformation élastique sont la justesse et la fidélité. Elles sont définies de la manière suivante dans le vocabulaire international de métrologie [182] :

Justesse de mesure : étroitesse de l'accord entre la moyenne d'un nombre infini de valeurs mesurées répétées et une valeur de référence.

Fidélité de mesure : étroitesse de l'accord entre les valeurs mesurées obtenues par des mesurages répétés du même objet ou d'objets similaires dans des conditions spécifiées.

En toute rigueur "La justesse de mesure n'est pas une grandeur et ne peut donc pas s'exprimer numériquement". La fidélité et la justesse sont cependant caractérisées par des grandeurs qui permettent de quantifier la notion "d'étroitesse de l'accord", typiquement les notions d'erreur aléatoire et d'erreur systématique. Ainsi "La justesse de mesure varie en sens inverse de l'erreur systématique mais n'est pas liée à l'erreur aléatoire" et "La fidélité est en général exprimée numériquement par des caractéristiques telles que l'écart-type [des erreurs aléatoires]".

Dans cette annexe on introduit un modèle élémentaire de mesure permettant de définir les notions d'erreur. Le sens des termes "justesse" et "fidélité" est ensuite précisé afin de comprendre de quelle manière ces mots sont utilisés dans le manuscrit. La notion de résolution est également rappelée :

Résolution : plus petite variation de la grandeur mesurée qui produit une variation perceptible de l'indication [la valeur mesurée] correspondante.

A.2 Modèle de mesure adopté et définition des erreurs

Les grandeurs que l'on cherche à mesurer (mesurandes) sont par exemple les composantes du tenseur de déformation élastique en un point de l'échantillon. On suppose que chaque mesurande possède une valeur vraie, unique.

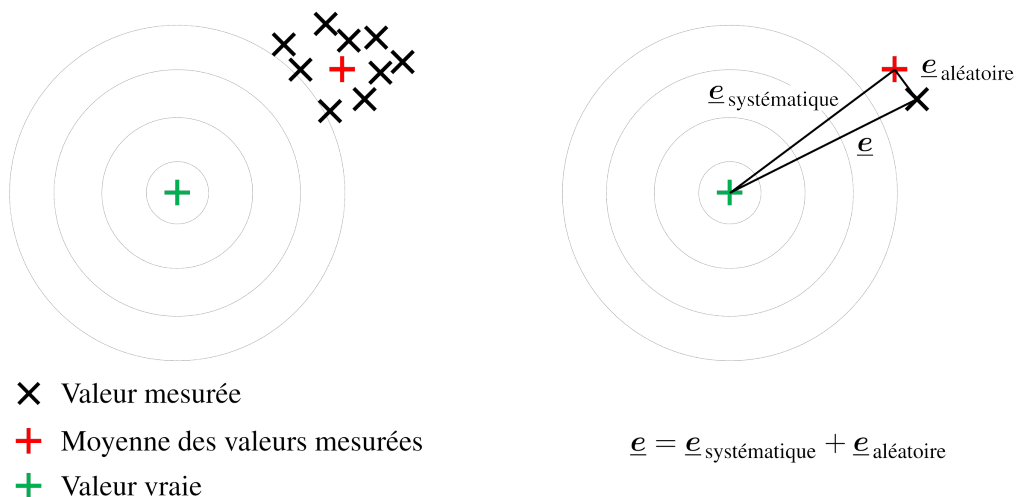


FIGURE A.1 – Exemple de valeurs mesurées obtenues par des mesurages répétés du même objet (e.g. deux composantes du tenseur de déformation élastique) dans des conditions de répétabilité (mesures successives à un même point sur l'échantillon).

Lorsqu'on réalise un grand nombre de mesures successives en un même point de l'échantillon, il apparaît que la valeur mesurée varie aléatoirement autour d'une valeur moyenne (cf. figure A.1). Cette variation est attribuée à un bruit de mesure imprévisible. On admet que la répartition des valeurs mesurées autour de la valeur moyenne μ suit une distribution gaussienne caractérisée par son écart-type σ_{al} .

A priori, ni la valeur mesurée ni la valeur moyenne μ ne coïncide avec la valeur vraie du mesurande. L'erreur de mesure \underline{e} est alors définie comme la distance entre la valeur mesurée et la valeur vraie. Cette erreur se décompose en une erreur systématique $\underline{e}_{systématique}$ (différence entre la valeur moyenne et la valeur vraie) et une erreur aléatoire associée au bruit de mesure $\underline{e}_{aléatoire}$ tel que :

$$\underline{e} = \underline{e}_{systématique} + \underline{e}_{aléatoire} \quad (A.1)$$

Dans le manuscrit, ces erreurs sont évaluées composante par composante dans un formalisme scalaire :

$$e = e_{systématique} + e_{aléatoire} \quad (A.2)$$

L'erreur systématique peut avoir pour origine un défaut de calibration de l'instrument, l'incertitude associée au positionnement de l'échantillon ou les défauts du système de balayage de l'échantillon dans le microscope, etc.

A.3 Acception des termes “justesse” et “fidélité” dans le manuscrit

Dans le manuscrit, les termes justesse et fidélité sont définis pour chaque composante du tenseur de déformation élastique (et de rotation) de la manière suivante :

La justesse de mesure est caractérisée par la valeur de l'erreur systématique $e_{systématique}$.

La fidélité de mesure est caractérisée par l'écart type σ_{al} des erreurs aléatoires $e_{aléatoire}$.

Dans le cas des mesures de déformations élastiques, particulièrement en présence de plasticité, il n'existe pas de modèle concernant la distribution et l'origine des erreurs $e_{systématique}$. Par conséquent, la définition de la justesse de mesure se rapporte ici à une valeur unique de $e_{systématique}$. Il serait envisageable de réaliser un traitement statistique de cette erreur dans le futur comme suggéré dans la référence [8].

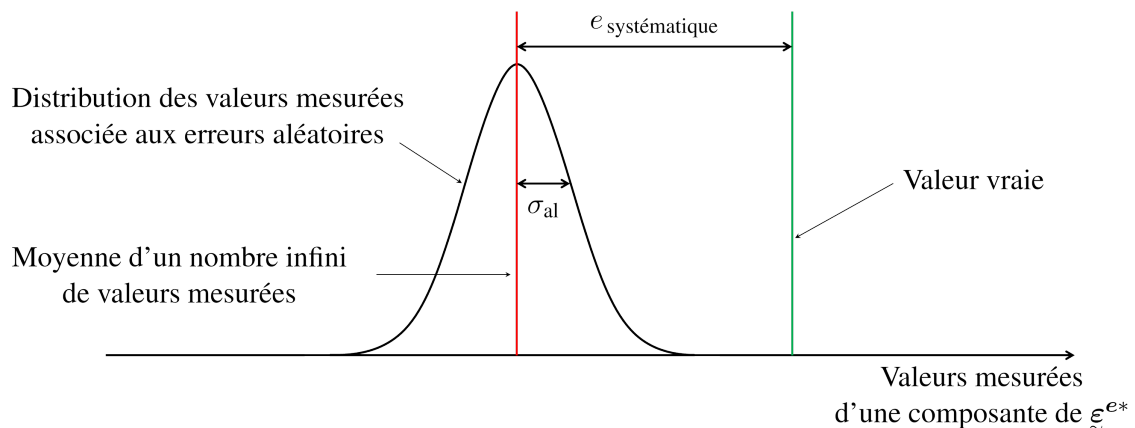


FIGURE A.2 – Illustration des caractéristiques de justesse ($e_{systématique}$) et de fidélité (σ_{al}) associées à un ensemble infini de valeurs mesurées dans des conditions de répétabilité.

Annexe **B**

Plans de découpe du monocristal

Cette annexe rassemble les plans de découpe utilisés pour prélever les éprouvettes dans le lingot monocristallin

Sommaire

B.1	Plan de découpe du monocristal M	174
B.2	Forme et cotes des éprouvettes de traction in-situ	175

B.1 Plan de découpe du monocristal M

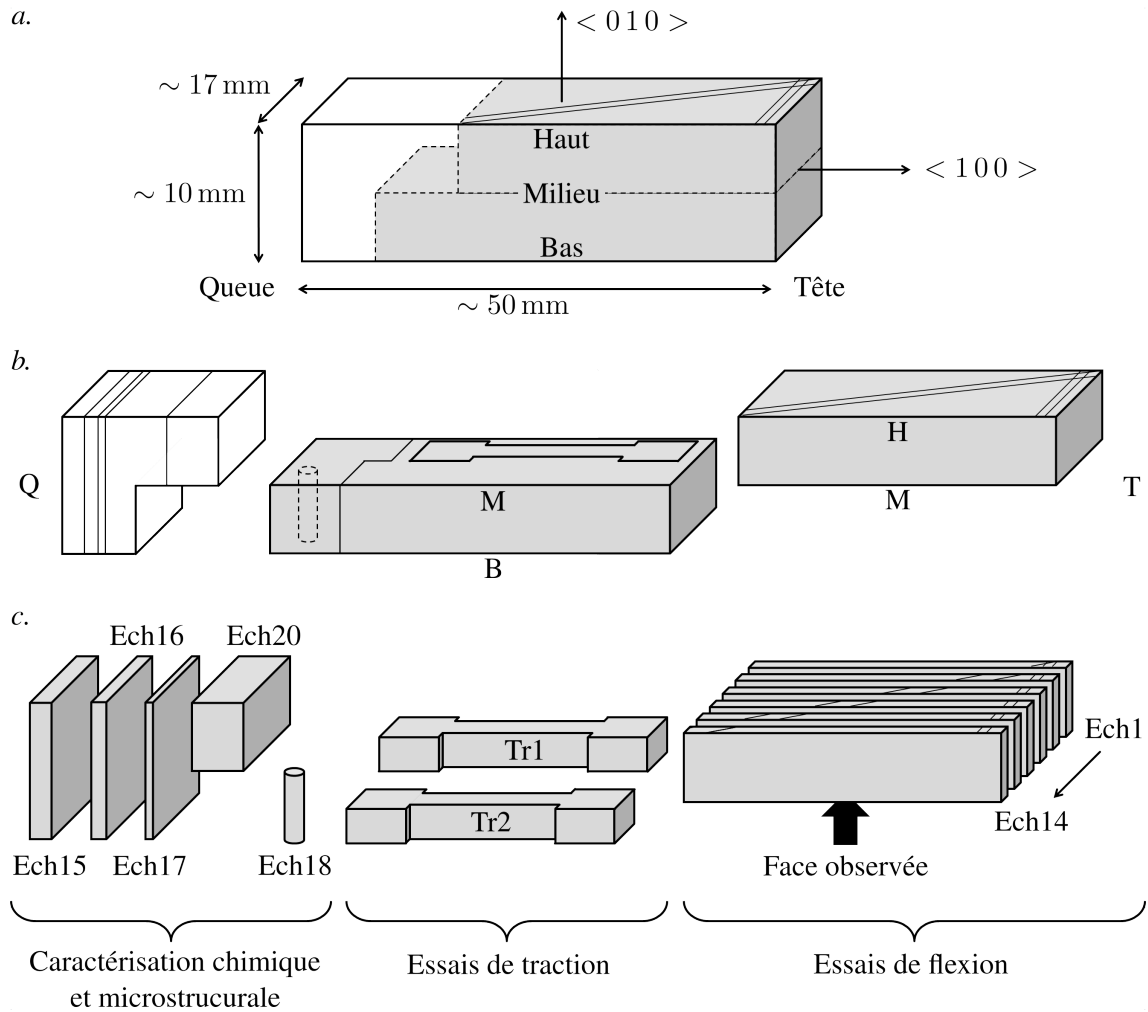


FIGURE B.1 – Plan de découpe du monocristal M avec définition des noms des éprouvettes. *a.* Le monocristal à l'état de réception. *b.* et *c.* Organisation de la découpe des éprouvettes et leur numérotation. L'éprouvette Flex1 correspond à l'échantillon noté Ech5 sur le schéma. L'éprouvette Flex2 correspond à l'échantillon Ech13.

Annexe C

Modèle analytique de poutre en flexion

Cette annexe présente le modèle analytique utilisé dans le chapitre 3 pour mettre en relation les champs locaux de déformations élastiques avec le comportement macroscopique de l'essai de flexion. L'originalité du modèle de flexion pure développé ici réside dans l'intégration d'une loi de comportement élasto-plastique à écrouissage linéaire.

Sommaire

C.1	Présentation du modèle	178
C.1.1	Présentation des grandeurs influentes	178
C.1.2	Hypothèses du modèle	179
C.1.3	Loi de comportement élasto-plastique	180
C.1.4	Condition au franchissement de la limite d'élasticité	181
C.2	Relations entre le moment de flexion et le rayon de courbure	182
C.2.1	Expression analytique de M fonction de R	182
C.2.2	Résolution de la relation R fonction de M	183
C.3	Lien avec les grandeurs macroscopiques force et déplacement	184
C.3.1	Expression de $M(y)$ en fonction de l'effort global F	184
C.3.2	Expression du déplacement de la fibre neutre	185
C.4	Fonctionnement du modèle	186
C.4.1	Comportement local entre M et R	186
C.4.2	Comportement macroscopique	186
C.4.3	Profils de déformations élastiques	188
C.5	Calcul de l'état de déformations résiduelles	188

C.1 Présentation du modèle

Le modèle développé ici a pour objectif de construire un lien entre les champs locaux de déformation et la réponse macroscopique d'une éprouvette sollicitée en flexion. Il est utilisé dans le chapitre 3 pour valider la pertinence des valeurs de déformation mesurées par Laue-DIC avec le comportement macroscopique du matériau.

Généralement, dans les modèles analytiques de poutre en flexion pure, le comportement du matériau est supposé élastique ou faisant intervenir une plasticité parfaite [183, 18]. Dans notre cas, il est nécessaire de tenir compte de l'écrouissage important du matériau. Le modèle est donc construit, à partir des exemples de la littérature, en considérant un matériau isotrope au comportement élasto-plastique avec écrouissage linéaire.

C.1.1 Présentation des grandeurs influentes

Le modèle repose sur les relations qui existent entre plusieurs grandeurs définies à l'échelle locale sur une section infiniment mince de l'échantillon. Dans notre cas, cette section rectangulaire est symétrique. Pour un comportement isotrope ou pour un cristal cubique sollicité dans ses axes de symétrie, le problème est invariant suivant la hauteur b de l'échantillon. Comme l'illustre la figure C.1, on se place dans le plan $(\underline{x}, \underline{y})$ et on considère une section mince située le long de la poutre.

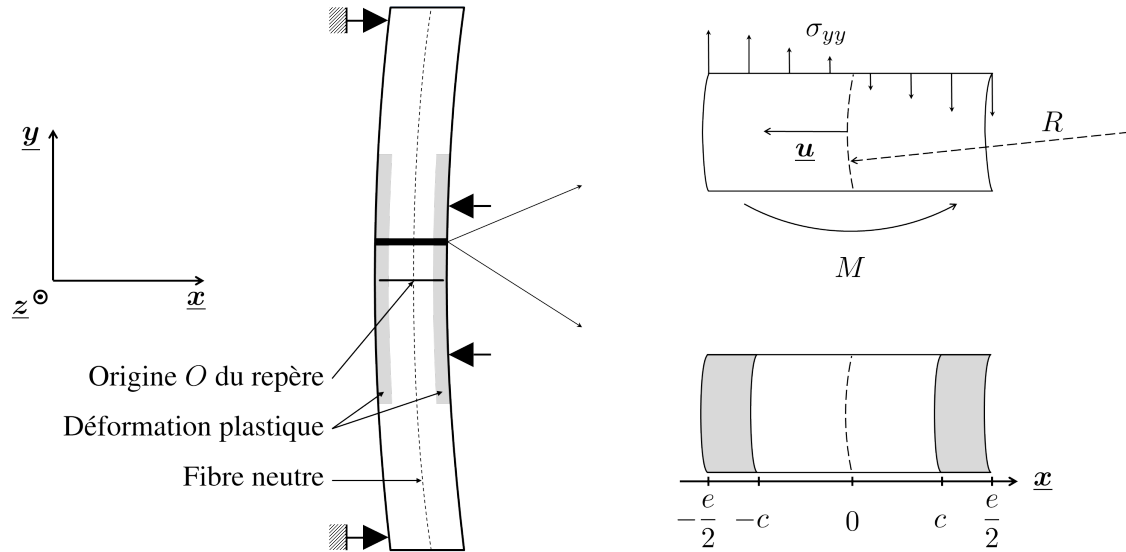


FIGURE C.1 – Définition des grandeurs du modèle agissant sur une section mince de la poutre.

Pour chaque section de coordonnée y , on définit M le moment de flexion, R le rayon de courbure et \underline{u} le déplacement de la fibre neutre avec $\underline{u} = -u \underline{x}$. Suivant la direction \underline{z} , la poutre a pour hauteur b . L'échantillon a pour épaisseur e et on note c la coordonnée suivant \underline{x} à laquelle le matériau franchit la limite d'élasticité. Par hypothèse, le tenseur de contrainte locale $\underline{\sigma}$ possède une composante non nulle : $\underline{\sigma} = \sigma_{yy}(x, y) \underline{y}$. Les grandeurs définies dans le modèle dépendent généralement de la coordonnée y , c'est-à-dire de la position de la section par rapport aux appuis de flexion.

C.1.2 Hypothèses du modèle

Les relations fondamentales du modèle sont exposées dans cette section.

C.1.2.1 Hypothèses sur les tenseurs de contrainte et de déformation

On se place dans l'hypothèse des petites perturbations. Le tenseur des déformations totales $\underline{\underline{\varepsilon}}^t$ se décompose de manière additive en un tenseur de déformation élastique $\underline{\underline{\varepsilon}}^e$ et un tenseur de déformation plastique $\underline{\underline{\varepsilon}}^p$,

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^t = \underline{\underline{\varepsilon}}^e + \underline{\underline{\varepsilon}}^p \quad (\text{C.1})$$

Pour alléger les notations, on note simplement ε_{ii} les composantes du tenseur $\underline{\underline{\varepsilon}}^t$. Les composantes des tenseurs $\underline{\underline{\varepsilon}}^e$ et $\underline{\underline{\varepsilon}}^p$ sont notées respectivement ε_{ii}^e et ε_{ii}^p . Par exemple :

$$\varepsilon_{yy} = \varepsilon_{yy}^e + \varepsilon_{yy}^p \quad (\text{C.2})$$

Par hypothèse, le matériau est localement dans un état de traction uniaxial suivant l'axe \underline{y} :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \sigma_{yy} \underline{y} \quad (\text{C.3})$$

C.1.2.2 Définition du moment de flexion

Le moment de flexion M est défini sur la fibre neutre comme l'intégrale sur les éléments de surface élémentaires dS de la section considérée :

$$M = - \int_{-\frac{e}{2}}^{\frac{e}{2}} x \sigma_{yy} dS \quad (\text{C.4})$$

À l'échelle de chaque section, la géométrie de l'essai est symétrique par rapport au plan de la fibre neutre. Comme par ailleurs le matériau et la loi de comportement sont symétriques, on peut se limiter aux abscisses en \underline{x} positives :

$$M = -2 \int_0^{\frac{e}{2}} x \sigma_{yy} dS \quad (\text{C.5})$$

On a postulé par ailleurs que les conditions de sollicitation sont invariantes dans la direction \underline{z} , suivant la hauteur b de la poutre, donc :

$$\frac{M}{b} = -2 \int_0^{\frac{e}{2}} x \sigma_{yy} dx \quad (\text{C.6})$$

C.1.2.3 Hypothèses de Bernoulli

En appliquant les hypothèses de Bernoulli [183], on obtient la relation entre le déplacement de la fibre neutre u et le rayon de courbure local R d'une part,

$$\frac{1}{R} = -\frac{d^2 u}{dy^2} \quad (\text{C.7})$$

et d'autre part la déformation totale ε_{yy} dans une section en fonction du rayon de courbure :

$$\varepsilon_{yy} = -x \frac{1}{R} \quad (\text{C.8})$$

D'après l'expression précédente, dans une section mince de la poutre, la déformation totale est linéaire suivant l'axe \underline{x} et ne dépend que du rayon de courbure local R .

C.1.3 Loi de comportement élasto-plastique

On souhaite modéliser le comportement du matériau par une loi élasto-plastique avec écrouissage. Par hypothèse du modèle, le matériau est en traction uniaxial à l'échelle locale. Dans cette modélisation simplifiée à une dimension, il est pertinent de ne considérer que la composante normale suivant l'axe \underline{y} des tenseurs de déformation. La loi de comportement est alors écrite comme une relation scalaire entre σ_{yy} et ε_{yy} .

C.1.3.1 Comportement élastique

Dans le modèle, le matériau est considéré comme isotrope ou de symétrie cubique. Son comportement élastique est régi par E le module de Young et ν le coefficient de Poisson. Pour tenir compte de l'anisotropie importante du monocristal au chapitre 3, E et ν doivent être identifiés à partir de l'expression tensorielle $\underline{\sigma} = \underline{\mathbb{C}} : \underline{\varepsilon}^e$ en considérant l'orientation du cristal. Dans la configuration utilisée, les axes du cristal de type $\langle 100 \rangle$ sont confondus avec les axes du repère de l'échantillon. Dans $(\underline{x}, \underline{y}, \underline{z})$, le tenseur $\underline{\mathbb{C}}$ possède donc la symétrie cubique et on peut identifier :

$$E = E_{\langle 100 \rangle} = C_{11} \left(\frac{1 - 3\nu^2 - 2\nu^3}{1 - \nu^2} \right) \quad \text{et} \quad \nu = \frac{1}{1 + \frac{C_{11}}{C_{12}}} \quad (\text{C.9})$$

Par hypothèse du modèle, l'état de contrainte est uniaxial. En ne considérant que les termes non-nuls, la loi d'élasticité s'écrit dans $(\underline{x}, \underline{y}, \underline{z})$:

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_{xx}^e \\ \varepsilon_{yy}^e \\ \varepsilon_{zz}^e \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E} & \frac{-\nu}{E} & \frac{-\nu}{E} \\ \frac{-\nu}{E} & \frac{1}{E} & \frac{-\nu}{E} \\ \frac{-\nu}{E} & \frac{-\nu}{E} & \frac{1}{E} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 0 \\ \sigma_{yy} \\ 0 \end{bmatrix} \quad (\text{C.10})$$

Suivant l'axe de sollicitation, on obtient bien :

$$\varepsilon_{yy}^e = \frac{1}{E} \sigma_{yy} \quad (\text{C.11})$$

En remarquant que $\text{trace}(\underline{\varepsilon}^e) = (1 - 2\nu) \varepsilon_{yy}^e$, on établit également la relation suivante sur la composante principale du déviateur :

$$\varepsilon_{yy}^{e*} = \frac{2}{3} (1 + \nu) \varepsilon_{yy}^e \quad (\text{C.12})$$

C.1.3.2 Comportement plastique avec écrouissage linéaire

On considère un comportement plastique à écrouissage linéaire :

$$\varepsilon_{yy}^p = \begin{cases} \frac{1}{H} (\sigma_{yy} - \sigma_0) & \text{si } \sigma_{yy} > \sigma_0 \\ 0 & \text{sinon} \\ \frac{1}{H} (\sigma_{yy} + \sigma_0) & \text{si } \sigma_{yy} < -\sigma_0 \end{cases} \quad (\text{C.13})$$

Dans la relation (C.13), H est le module d'écrouissage et σ_0 la limite d'élasticité du matériau.

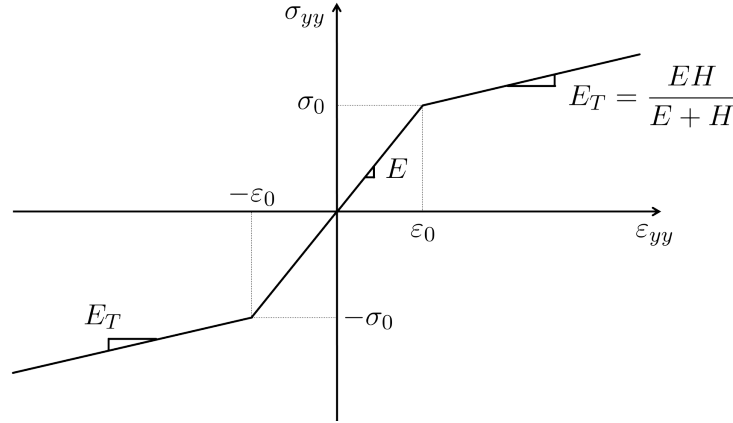


FIGURE C.2 – Loi de comportement bi-linéaire utilisée dans le modèle. Les paramètres de cette loi sont E le module de Young, H le module d'écrouissage et σ_0 la limite d'élasticité du matériau.

C.1.3.3 Synthèse sur la loi de comportement considérée

La figure C.2 illustre la relation établie entre σ_{yy} et ε_{yy} pour un chargement monotone. Cette relation est obtenue en combinant les équations (C.2), (C.11) et (C.13). Dans le régime plastique pour $\sigma_{yy} < -\sigma_0$, on écrit par exemple :

$$\begin{aligned}\varepsilon_{yy} &= \varepsilon_{yy}^e + \varepsilon_{yy}^p \\ &= \frac{1}{E} \sigma_{yy} + \frac{1}{H} (\sigma_{yy} + \sigma_0) \\ &= \frac{E+H}{EH} \sigma_{yy} + \frac{1}{H} \sigma_0\end{aligned}\tag{C.14}$$

Il est donc possible d'exprimer σ_{yy} en fonction de ε_{yy} :

$$\begin{aligned}\sigma_{yy} &= \left[\varepsilon_{yy} - \frac{1}{H} \sigma_0 \right] \frac{EH}{E+H} \\ &= \frac{EH}{E+H} \varepsilon_{yy} - \frac{E}{E+H} \sigma_0\end{aligned}\tag{C.15}$$

La pente de la droite dans le domaine plastique est donnée par le module tangent E_T , défini comme :

$$E_T = \frac{EH}{E+H}\tag{C.16}$$

C.1.4 Condition au franchissement de la limite d'élasticité

Lorsque l'échantillon est sollicité dans le régime élasto-plastique, un paramètre important est la position du front de plasticité c dans la section (cf. figure C.1). Lorsque $x = c$, on franchit donc la limite d'élasticité,

$$\sigma_{yy} = -\sigma_0 \quad \text{et} \quad \sigma_{yy} = E \varepsilon_{yy}^e = E \varepsilon_{yy}\tag{C.17}$$

donc d'après l'équation (C.8) :

$$\sigma_{yy} = E \varepsilon_{yy} = -x E \frac{1}{R}\tag{C.18}$$

et comme $x = c$, on obtient :

$$\sigma_0 = c E \frac{1}{R} \quad (\text{C.19})$$

C.2 Relations entre le moment de flexion et le rayon de courbure

Les hypothèses du modèle nous donnent les relations entre ε_{yy} et R , σ_{yy} et M . La loi de comportement fait le lien entre σ_{yy} et ε_{yy} . On cherche maintenant à obtenir la relation entre M et R , la relation de comportement macroscopique d'une section de matière.

C.2.1 Expression analytique de M fonction de R

On exprime l'expression du moment (C.6) en séparant la partie de la poutre toujours dans un régime élastique ($x < c$) de la partie ayant plastifiée ($c < x$) :

$$\begin{aligned} \frac{M}{b} &= -2 \int_0^{\frac{e}{2}} x \sigma_{yy} dx \\ &= -2 \int_0^c x \sigma_{yy} dx - 2 \int_c^{\frac{e}{2}} x \sigma_{yy} dx \end{aligned} \quad (\text{C.20})$$

Le deuxième membre correspond à la partie de la poutre ayant plastifiée en compression. La relation (C.15) y est donc vérifiée car $\sigma_{yy} < -\sigma_0$. En utilisant (C.15) dans le membre de droite et en substituant σ_{yy} dans le premier membre par (C.11), on obtient :

$$\begin{aligned} \frac{M}{b} &= -2 \int_0^c x E \varepsilon_{yy} dx - 2 \int_c^{\frac{e}{2}} x \left[\frac{EH}{E+H} \varepsilon_{yy} - \frac{E}{E+H} \sigma_0 \right] dx \\ &= -2 \int_0^c x E \varepsilon_{yy} dx + 2 \int_c^{\frac{e}{2}} x \frac{E}{E+H} \sigma_0 dx - 2 \int_c^{\frac{e}{2}} x \frac{EH}{E+H} \varepsilon_{yy} dx \end{aligned} \quad (\text{C.21})$$

On utilise maintenant (C.8) pour faire apparaître R .

$$\frac{M}{b} = +2 \int_0^c x^2 E \frac{1}{R} dx + 2 \int_c^{\frac{e}{2}} x \frac{E}{E+H} \sigma_0 dx + 2 \int_c^{\frac{e}{2}} x^2 \frac{EH}{E+H} \frac{1}{R} dx \quad (\text{C.22})$$

Et on intègre

$$\frac{M}{b} = \frac{2}{3} c^3 E \frac{1}{R} + \left[\left(\frac{e}{2} \right)^2 - c^2 \right] \frac{E}{E+H} \sigma_0 + \frac{2}{3} \left[\left(\frac{e}{2} \right)^3 - c^3 \right] \frac{EH}{E+H} \frac{1}{R} \quad (\text{C.23})$$

Finalement, on prend (C.19) pour éliminer c de l'expression (C.23) et obtenir la relation analytique f entre M et R^1 :

$$\frac{M}{b} = \frac{E}{E+H} \left[-\frac{1}{3} \frac{\sigma_0^3}{E^2} R^2 + \frac{1}{4} \sigma_0 e^2 + \frac{1}{12} e^3 H \frac{1}{R} \right] \quad (\text{C.24})$$

¹ À partir de (C.23) et ayant substitué c avec (C.19), on développe puis on rassemble les termes en R :

$$\begin{aligned}
 \frac{M}{b} &= \frac{2}{3} \left(\frac{\sigma_0^3 R^3}{E^3} \right) E \frac{1}{R} + \left[\left(\frac{e}{2} \right)^2 - \left(\frac{\sigma_0^2 R^2}{E^2} \right) \right] \frac{E}{E+H} \sigma_0 + \frac{2}{3} \left[\left(\frac{e}{2} \right)^3 - \left(\frac{\sigma_0^3 R^3}{E^3} \right) \right] \frac{EH}{E+H} \frac{1}{R} \\
 &= \frac{2}{3} \sigma_0^3 \frac{R^2}{E^2} + \left(\frac{e}{2} \right)^2 \frac{E}{E+H} \sigma_0 - \left(\frac{\sigma_0^2 R^2}{E^2} \right) \frac{E}{E+H} \sigma_0 + \frac{2}{3} \left(\frac{e}{2} \right)^3 \frac{EH}{E+H} \frac{1}{R} - \frac{2}{3} \left(\frac{\sigma_0^3 R^3}{E^3} \right) \frac{EH}{E+H} \frac{1}{R} \\
 &= \left[\frac{2}{3} \frac{\sigma_0^3}{E^2} - \frac{\sigma_0^3}{E^2} \frac{E}{E+H} - \frac{2}{3} \left(\frac{\sigma_0^3}{E^3} \right) \frac{EH}{E+H} \right] R^2 + \left(\frac{e}{2} \right)^2 \frac{E}{E+H} \sigma_0 + \frac{2}{3} \left(\frac{e}{2} \right)^3 \frac{EH}{E+H} \frac{1}{R} \\
 &= \frac{E}{E+H} \left[\frac{2}{3} \frac{\sigma_0^3}{E^2} \frac{E+H}{E} - \frac{\sigma_0^3}{E^2} - \frac{2}{3} \left(\frac{\sigma_0^3}{E^3} \right) H \right] R^2 + \left(\frac{e}{2} \right)^2 \frac{E}{E+H} \sigma_0 + \frac{2}{3} \left(\frac{e}{2} \right)^3 \frac{EH}{E+H} \frac{1}{R} \\
 &= \frac{E}{E+H} \left[-\frac{1}{3} \frac{\sigma_0^3}{E^2} \right] R^2 + \left(\frac{e}{2} \right)^2 \frac{E}{E+H} \sigma_0 + \frac{2}{3} \left(\frac{e}{2} \right)^3 \frac{EH}{E+H} \frac{1}{R} \\
 &= \frac{E}{E+H} \left[-\frac{1}{3} \frac{\sigma_0^3}{E^2} R^2 + \left(\frac{e}{2} \right)^2 \sigma_0 + \frac{2}{3} \left(\frac{e}{2} \right)^3 H \frac{1}{R} \right]
 \end{aligned}$$

C.2.2 Résolution de la relation R fonction de M

Dans l'essai de flexion, en exprimant l'équilibre de chaque morceau de poutre, il est possible de calculer la valeur du moment M en chaque point de la fibre neutre. Le moment de flexion joue un rôle de donnée dans le modèle. On aimerait donc résoudre la relation (C.24) pour calculer la relation g qui donne R en fonction de M .

En reprenant l'expression (C.24), il est possible de construire un polynôme en $\frac{1}{R}$:

$$\begin{aligned}
 \frac{M}{b} &= \frac{E}{E+H} \left[-\frac{1}{3} \frac{\sigma_0^3}{E^2} R^2 + \frac{1}{4} \sigma_0 e^2 + \frac{1}{12} e^3 H \frac{1}{R} \right] \\
 \frac{M}{b} \left(\frac{1}{R} \right)^2 &= \frac{E}{E+H} \left[-\frac{1}{3} \frac{\sigma_0^3}{E^2} + \frac{1}{4} \sigma_0 e^2 \left(\frac{1}{R} \right)^2 + \frac{1}{12} e^3 H \left(\frac{1}{R} \right)^3 \right] \quad (C.25) \\
 \frac{M}{b} \left(1 + \frac{H}{E} \right) \left(\frac{1}{R} \right)^2 &= -\frac{1}{3} \frac{\sigma_0^3}{E^2} + \frac{1}{4} \sigma_0 e^2 \left(\frac{1}{R} \right)^2 + \frac{1}{12} e^3 H \left(\frac{1}{R} \right)^3
 \end{aligned}$$

Soit sous une forme condensée,

$$\frac{e^3 H}{12} \left(\frac{1}{R} \right)^3 + \left[\frac{\sigma_0 e^2}{4} - \frac{M}{b} \left(1 + \frac{H}{E} \right) \right] \left(\frac{1}{R} \right)^2 - \frac{1}{3} \frac{\sigma_0^3}{E^2} = 0 \quad (C.26)$$

Le polynôme (C.26) est de degré 3. Il n'existe pas de solution remarquable simple. On utilise une évaluation numérique pour calculer une ou plusieurs racines réelles. Lorsque la racine réelle est unique, le front de plasticité est dans la poutre, c'est-à-dire $c < \frac{e}{2}$. Dans le cas contraire, l'échantillon n'a pas encore plastifié et la relation élastique entre M et R s'applique :

$$\frac{M}{b} = \frac{e^3 E}{12} \frac{1}{R} \quad (C.27)$$

ou de manière équivalente :

$$\frac{1}{R} = 12 \times \frac{M}{b e^3 E} \quad (C.28)$$

Bilan

La fonction

$$\frac{1}{R} = g(M) \quad (\text{C.29})$$

peut être évaluée dans le cas élastique en utilisant la relation (C.28), lorsque $c > \frac{e}{2}$ d'après la relation (C.19). Dans le cas contraire, le calcul numérique de la racine réelle du polynôme (C.26) permet de déterminer sa valeur.

C.3 Lien avec les grandeurs macroscopiques force et déplacement

On dispose d'après les paragraphes précédents des relations entre les grandeurs définies dans une section de la poutre : ε_{yy} , σ_{yy} , R et M . On cherche maintenant à faire le lien entre ces grandeurs locales et les grandeurs macroscopiques associées à l'essai de flexion (force et déplacement).

C.3.1 Expression de $M(y)$ en fonction de l'effort global F

Le lien entre l'effort F appliqué sur les appuis centraux de flexion et la valeur du moment M en chaque section de la poutre est réalisé en considérant l'équilibre des moments pour chaque morceau de poutre. L'essai est symétrique, on s'intéresse aux abscisses en y positives. Comme le montre la figure C.3, suivant la position le long de la poutre l'équation d'équilibre fait intervenir un ou deux appuis.

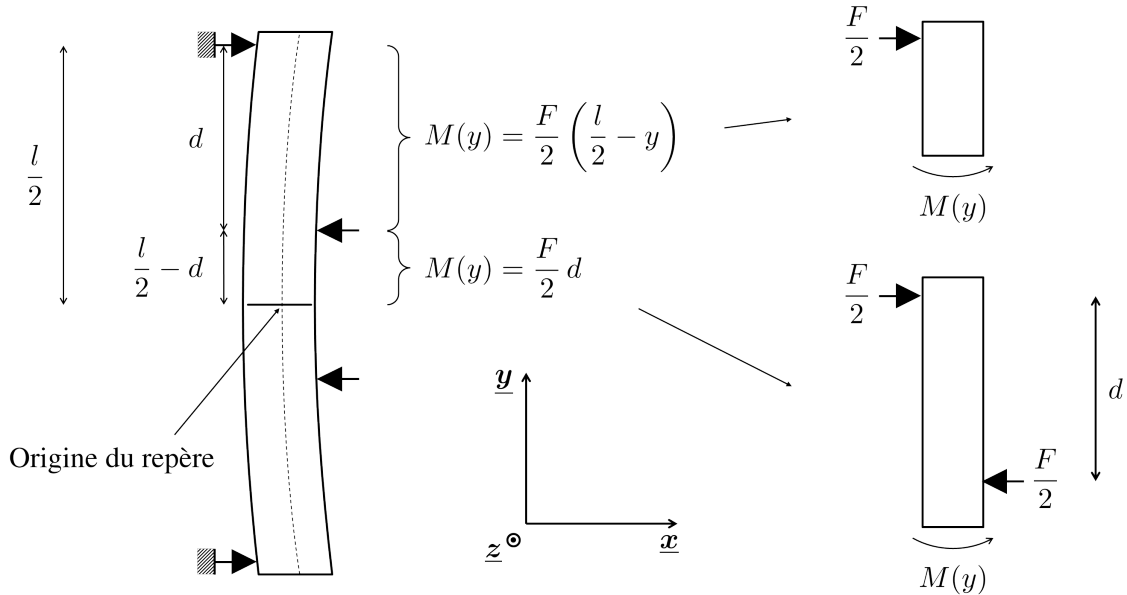


FIGURE C.3 – Calcul de la répartition des moments dans l'échantillon de flexion quatre points.

Entre les appuis de flexion centraux ($y < \frac{l}{2} - d$), l'équilibre de la partie supérieure de la poutre donne :

$$M(y) = \frac{F}{2} \left(\frac{l}{2} - y \right) - \frac{F}{2} \left(\frac{l}{2} - d - y \right) \quad (\text{C.30})$$

Le moment est constant quelque soit la position entre les points d'appuis :

$$M(y) = \frac{F}{2} d \quad \text{avec} \quad y < \frac{l}{2} - d \quad (\text{C.31})$$

Pour $y > \frac{l}{2} - d$, la valeur du moment dépend seulement de la distance à l'appui de flexion externe :

$$M(y) = \frac{F}{2} \left(\frac{l}{2} - y \right) \quad \text{avec} \quad y > \frac{l}{2} - d \quad (\text{C.32})$$

C.3.2 Expression du déplacement de la fibre neutre

Le déplacement $u(y)$ le long la fibre neutre est donné par l'équation (C.7). En utilisant la relation g entre R et M , cette équation s'écrit à un niveau de charge F donné :

$$\frac{d^2 u(y)}{dy^2} = -g(M(y)) \quad (\text{C.33})$$

Pour obtenir $u(y)$, on cherche à intégrer la relation (C.33) en appliquant les conditions aux limites connues sur le déplacement. Comme l'essai est symétrique, le gradient de déplacement s'annule au centre de l'échantillon. L'appui de flexion est fixe en $y = \frac{l}{2}$. On a donc :

$$\frac{d^2 u(0)}{dy^2} = 0 \quad \text{et} \quad u\left(\frac{l}{2}\right) = 0 \quad (\text{C.34})$$

En intégrant une fois avec les bornes adaptées, on obtient :

$$\frac{d^2 u(y)}{dy^2} = - \int_0^y g(M(t)) dt \quad (\text{C.35})$$

puis en intégrant une deuxième fois :

$$u(y) = - \int_y^{\frac{l}{2}} \left(\int_0^s g(M(t)) dt \right) ds \quad (\text{C.36})$$

Étant donné un niveau de chargement F , il est possible de calculer le champ de moments M le long de la fibre neutre par les relations (C.31) et (C.32). On utilise ensuite la fonction g (C.29) pour réaliser l'intégration numérique proposée à l'équation (C.36). On est ainsi capable de calculer le déplacement de la fibre neutre en tout point et particulièrement en $y = \frac{l}{2} - d$, au droit des points de flexion centraux.

En notant u_{appuis} le déplacement des appuis centraux on obtient finalement :

$$u_{\text{appuis}} = - \int_{\frac{l}{2}-d}^{\frac{l}{2}} \left(\int_0^s g(M(t)) dt \right) ds \quad (\text{C.37})$$

C.4 Fonctionnement du modèle

Les relations établies dans les sections précédentes permettent de simuler un essai de flexion quatre points. On illustre dans cette section les relations qui existent entre les différentes grandeurs du modèle et la manière de les obtenir. Les paramètres géométriques utilisés sont liés à l'essai de flexion du chapitre 3 :

$$d = 8,5 \text{ mm} \quad \frac{l}{2} = 11,5 \text{ mm} \quad e = 0,5 \text{ mm} \quad b = 4,8 \text{ mm} \quad (\text{C.38})$$

On considère les paramètres de la loi de comportement suivants :

$$E = 102 \text{ GPa} \quad \nu = 0,39 \quad H = 13 \text{ GPa} \quad \sigma_0 = 62 \text{ MPa} \quad (\text{C.39})$$

Les niveaux de chargement simulés sont inférieurs à 6,5 N comme dans le cas expérimental.

C.4.1 Comportement local entre M et R

La figure C.4 montre la relation g (C.29) qui lie le rayon de courbure local R au moment M . La relation est linéaire lorsque toute la matière dans la section de l'échantillon possède un comportement élastique. La courbe perd sa linéarité lorsque le matériau au bord de l'échantillon rentre en plasticité.

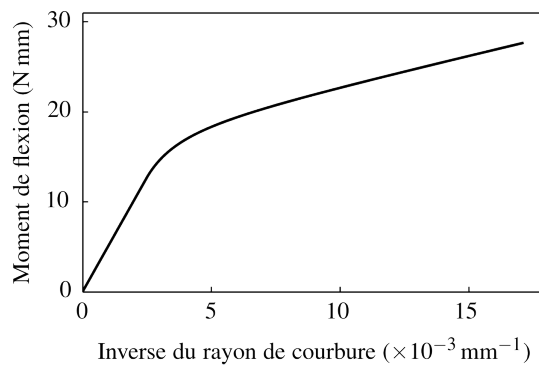


FIGURE C.4 – Illustration de la relation g entre le moment M et le rayon de courbure R .

C.4.2 Comportement macroscopique

Le comportement macroscopique calculé à partir de l'intégration (C.37) est présenté dans la figure C.5. La courbe entre le déplacement des appuis centraux de flexion et la force appliquée est directement comparable à la courbe expérimentale enregistrée par la machine de flexion.

Une fois le comportement macroscopique déterminé, il est possible de connaître un certain nombre de caractéristiques expérimentales utiles pour piloter l'essai. En utilisant les relations (C.8) et (C.19), il est possible par exemple de calculer au centre de l'échantillon : (i) la position du front de plasticité c dans l'épaisseur de l'échantillon et (ii) la déformation maximale atteinte (cf. figure C.6).

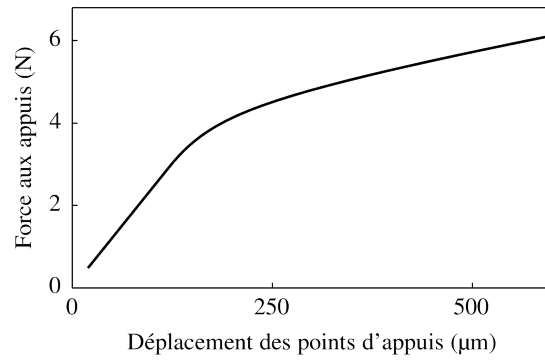


FIGURE C.5 – Exemple de courbe force-déplacement macroscopique issue du modèle analytique.

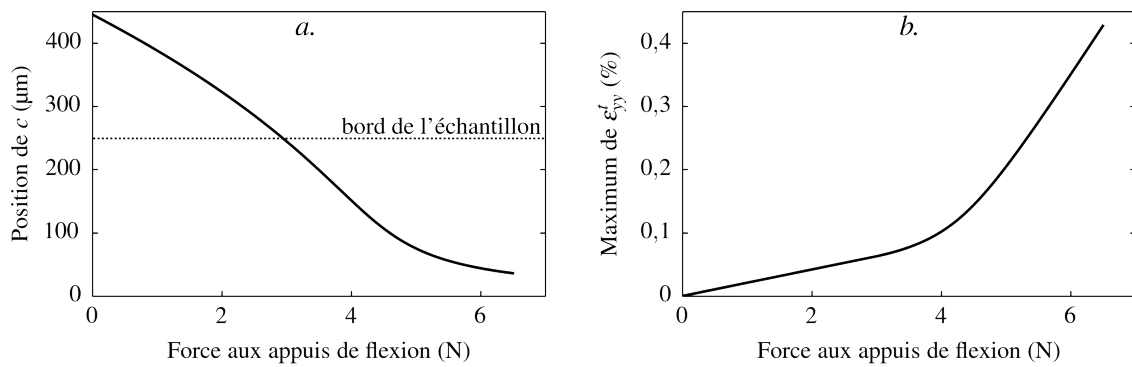


FIGURE C.6 – Illustration de la prédiction de la position du front de plasticité (a.) et de la déformation totale maximale (b.) présentes au centre de l'échantillon, entre les deux appuis de flexion.

C.4.3 Profils de déformations élastiques

Pour un niveau de chargement donné F , on utilise (C.32) puis (C.29) pour calculer R dans une section de la poutre. Le profil de déformation élastique associé est reconstruit avec (C.8), en utilisant la relation de comportement (C.13) et de la position du front de plasticité (C.19).

Pour les abscisses en \underline{x} positives, on a :

$$\varepsilon_{yy}^e = \begin{cases} -\frac{1}{R} x & \text{pour } 0 < x < c \\ -\frac{1}{R} \frac{H}{E+H} x - \frac{\sigma_0}{E+H} & \text{pour } c < x < \frac{e}{2} \end{cases} \quad (\text{C.40})$$

Un exemple du profil de déformation élastique calculé est représenté en figure C.7. Par hypothèse (C.8), le profil de déformation totale est une droite qui coïncide avec le profil de déformation élastique proche de la fibre neutre.

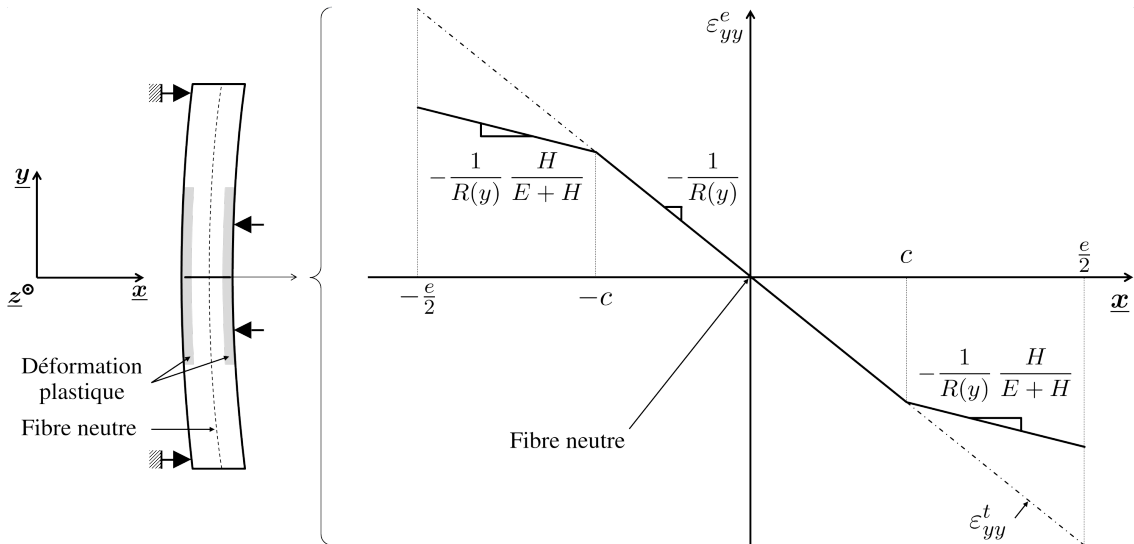


FIGURE C.7 – Illustration des profils de déformations élastiques et totales présents dans l'épaisseur de l'échantillon entre les deux appuis de flexion. Un profil similaire est construit pour les déformations déviatoriques en utilisant les relations (C.41).

Afin de comparer avec les données de microdiffraction Laue on peut également calculer le profil de déformation déviatorique ε_{yy}^{e*} en utilisant la relation (C.12). On obtient alors

$$\varepsilon_{yy}^{e*} = \begin{cases} -\frac{2}{3} \frac{1+\nu}{R} x & \text{pour } 0 < x < c \\ -\frac{2}{3} \frac{1+\nu}{R} \frac{H}{E+H} x - \frac{2}{3} \frac{(1+\nu)\sigma_0}{E+H} & \text{pour } c < x < \frac{e}{2} \end{cases} \quad (\text{C.41})$$

C.5 Calcul de l'état de déformations résiduelles

On cherche dans cette section à obtenir l'état de déformations résiduelles qui résulte d'une décharge élastique depuis un état chargé. Le chemin de sollicitation suivant est envisagé : (i) un

chargement monotone depuis un état initial vierge tel que décrit dans les sections précédentes et (ii) une décharge depuis cet état intermédiaire vers un état de sollicitation macroscopique nul.

À l'échelle de chaque section mince de la poutre, on suppose que les chargements s'ajoutent. Autrement dit, si M_{charge} est le moment appliqué durant l'étape de chargement et $M_{\text{décharge}}$ le moment associé à l'étape de décharge, le moment à l'état résiduel noté M_{final} est égal à $M_{\text{charge}} + M_{\text{décharge}}$. Or aucun effort extérieur n'est appliqué sur la poutre à l'état final. Un bilan des moments en n'importe quel point de la fibre neutre donne $M_{\text{final}} = 0$. Par conséquent :

$$M_{\text{décharge}} = -M_{\text{charge}} \quad (\text{C.42})$$

Dans le formalisme de petites transformations utilisé, les déformations totales s'ajoutent :

$$\varepsilon_{yy}^{\text{final}} = \varepsilon_{yy}^{\text{charge}} + \varepsilon_{yy}^{\text{décharge}} \quad (\text{C.43})$$

En utilisant l'équation (C.8), on montre alors que :

$$\frac{1}{R_{\text{final}}} = \frac{1}{R_{\text{charge}}} + \frac{1}{R_{\text{décharge}}} \quad (\text{C.44})$$

La décharge est élastique donc la relation (C.28) s'applique :

$$\frac{1}{R_{\text{décharge}}} = 12 \times \frac{M_{\text{décharge}}}{b e^3 E} = -12 \times \frac{M_{\text{charge}}}{b e^3 E} \quad (\text{C.45})$$

Toujours dans l'hypothèse des petites déformations, on a également :

$$\sigma_{yy}^{\text{final}}(x) = \sigma_{yy}^{\text{charge}}(x) + \sigma_{yy}^{\text{décharge}}(x) \quad (\text{C.46})$$

En utilisant la loi d'élasticité :

$$\begin{aligned} \varepsilon_{yy}^{e \text{ final}}(x) &= \varepsilon_{yy}^{e \text{ charge}}(x) + \varepsilon_{yy}^{e \text{ décharge}}(x) \\ &= \varepsilon_{yy}^{e \text{ charge}}(x) + \varepsilon_{yy}^{\text{décharge}}(x) \\ &= \varepsilon_{yy}^{e \text{ charge}}(x) - x \frac{1}{R_{\text{décharge}}} \end{aligned} \quad (\text{C.47})$$

Finalement d'après l'équation (C.45), on obtient :

$$\varepsilon_{yy}^{e \text{ final}}(x) = \varepsilon_{yy}^{e \text{ charge}}(x) + x \frac{12 \times M_{\text{charge}}}{b e^3 E} \quad (\text{C.48})$$

La relation (C.48) ne dépend que des valeurs associées à l'étape de chargement. Elle permet de calculer le profil de déformation élastique résiduelle associé à n'importe quelle étape de chargement.

Bilan

Un modèle analytique 1D de poutre en flexion a été développé, intégrant une loi de comportement à écrouissage linéaire. Ce modèle est capable de prédire le comportement macroscopique de l'éprouvette et le profil de déformations élastiques dans l'épaisseur de l'échantillon. Il est également utilisé pour calculer le profil de déformations élastiques résiduelles après une décharge de l'éprouvette.

Dans le chapitre 3, les paramètres de la loi de comportement du modèle sont identifiés pour décrire l'essai de flexion expérimental. La loi paramétrée est ensuite utilisée pour calculer la réponse du matériau en traction. Cette réponse est enfin comparée à une courbe expérimentale de traction. La cohérence des valeurs locales mesurées par microdiffraction Laue en flexion est ainsi validée à partir du comportement macroscopique en traction du monocristal.

Annexe **D**

Imagerie de dislocations par la technique ECCI

Cette annexe présente la démarche employée pour réaliser les images utilisées au chapitre 3 permettant l'observation des dislocations présentes dans les traces de glissement. Ces images sont acquises dans des conditions de diffraction maîtrisées et permettent de déterminer les caractéristiques des dislocations étudiées.

Sommaire

D.1	Principes de la technique ECCI	192
D.2	Contrôle des conditions de diffraction dans le MEB	193
D.3	Conditions d'imagerie et validation des contrastes	195

L'imagerie ECCI (Electron Channelling Contrast Imaging) est une technique de microscopie électronique à balayage permettant d'observer et de caractériser les défauts cristallins situés à proximité de la surface de l'échantillon. La technique tire partie de la forte dépendance entre l'intensité du flux d'électrons rétrodiffusés et l'orientation du cristal par rapport au faisceau électronique. Les défauts cristallins, associés à une perturbation locale du réseau, vont ainsi produire un contraste dans le signal rétrodiffusé. La technique ECCI a pour objectif d'optimiser la position du cristal afin de maximiser le contraste obtenu d'une part, puis d'interpréter ce contraste en lien avec les caractéristiques du défaut d'autre part.

Les principes de l'ECCI ont été posés dans les années 70 mais la technique constitue toujours un domaine de recherche actif. Une présentation détaillée de la méthode est disponible dans l'article de revue [184]. Dans cette annexe, les principes utiles pour interpréter les contrastes des images présentées au chapitre 3 sont rappelés brièvement. L'ajustement de l'orientation du cristal est réalisé en utilisant le mode diffraction SACP (Selected Area Channeling Pattern) disponible sur le microscope. Les conditions d'imagerie utilisées et les contrastes obtenus sont discutés.

D.1 Principes de la technique ECCI

Une dépendance forte existe entre le nombre d'électrons rétrodiffusés et l'orientation du cristal lorsque le faisceau électronique est proche des conditions de Bragg pour un plan cristallin. Cette dépendance est aussi appelée contraste de canalisation. Elle est observée car les processus de diffusion de l'onde électronique incidente sont alors très sensibles à la position des atomes dans le cristal, donc à l'orientation du plan diffractant.

La figure D.1 illustre l'impact sur l'intensité rétrodiffusée de la présence d'un défaut venant perturber localement l'orientation d'un plan cristallin. Loin du défaut, le cristal n'est pas perturbé et l'intensité rétrodiffusée est caractéristique de l'orientation relative entre le plan et le faisceau. À proximité du défaut, la position des atomes n'est plus régulière, les phénomènes de diffusion sont modifiés et la quantité d'électrons rétrodiffusés augmente ou diminue.

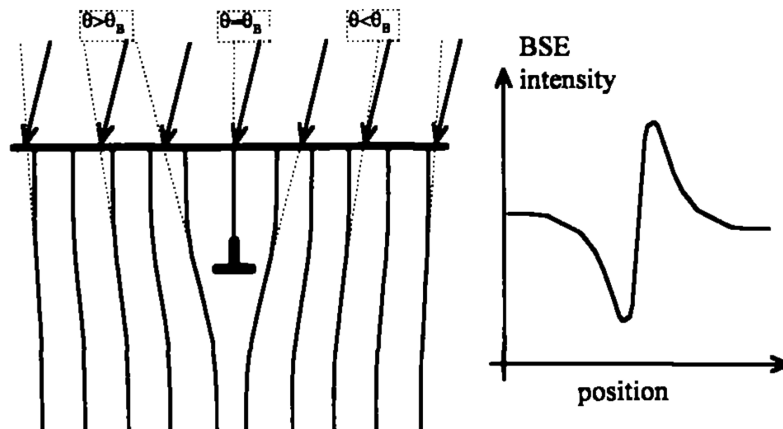


FIGURE D.1 – Évolution de l'intensité rétrodiffusée (BSE) autour d'une dislocation. Le faisceau incident (représenté par une flèche) est proche de la condition de Bragg sur le plan cristallin. [34].

La présence et la répartition du contraste autour du défaut dépendent de ses caractéristiques propres et de la condition de diffraction utilisée. Afin de pouvoir facilement interpréter le contraste

observé, il est nécessaire de se placer dans une condition dite de *deux ondes*. Cette condition est atteinte lorsque le faisceau incident est en condition de Bragg sur une famille de plan cristallin. La configuration est alors caractérisée par un vecteur diffraction \underline{g} qui coïncide avec la normale au plan diffractant.

La figure D.2 explique la variation d'intensité détectée pour une même condition de diffraction avec la profondeur du défaut sous la surface. On considère ici une dislocation inclinée dans un cristal cubique que l'on observe depuis sa face supérieure. Sous la dislocation, l'ordre des atomes est modifié et un grand nombre d'électrons sont rétrodiffusés dans cette zone. En première approximation, pour une profondeur d'analyse fixée, plus le défaut est loin de la surface et moins la quantité d'atomes participant à la rétrodiffusion est grande. L'intensité diminue donc avec la profondeur du défaut. Cette diminution n'est pas monotone en raison des interactions complexes entre l'onde électronique et les atomes du cristal.

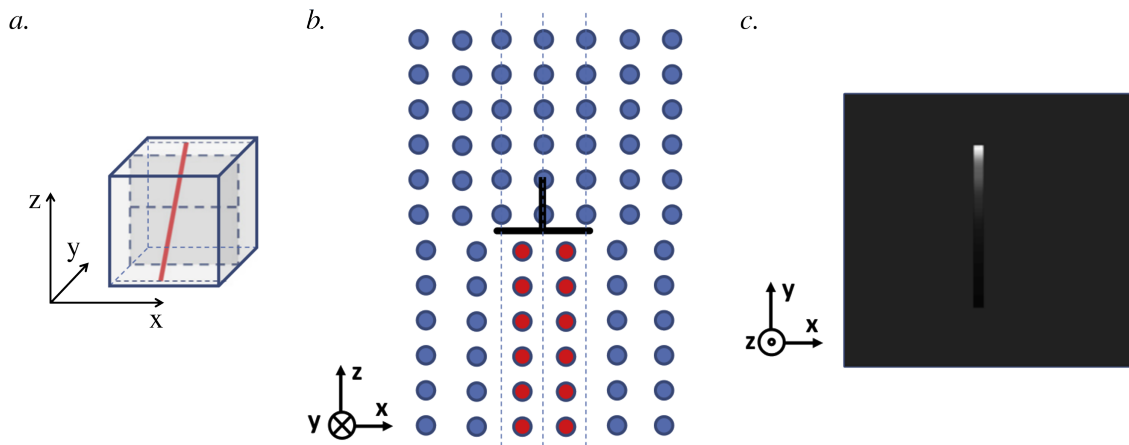


FIGURE D.2 – Illustration de la variation de l'intensité rétrodiffusée avec la profondeur du défaut. *a.* Dislocation inclinée dans un cristal. La surface supérieure du cube est observée. *b.* Position des atomes dans une coupe verticale. Les atomes rouges participent fortement à la rétrodiffusion par rapport aux atomes bleus. *c.* Répartition de l'intensité rétrodiffusée en surface. L'intensité décline depuis le point d'émergence du défaut vers sa disparition en profondeur. [184]

D.2 Contrôle des conditions de diffraction dans le MEB

Afin de se placer en condition de deux ondes, il faut disposer d'un outil pour connaître précisément l'orientation du cristal par rapport au faisceau. Dans cette étude, le mode SACP (Selected Area Channelling Pattern) du microscope TESCAN MIRA3 est utilisé. Ce mode permet d'acquérir une figure de diffraction sur la surface d'un échantillon positionnée en configuration ECCI, horizontalement sous le faisceau.

Pour former l'image SACP, le faisceau est incliné régulièrement autour de son point d'impact avec la surface de l'échantillon (mouvement de précession, cf. figure D.3). Avec un angle maximal d'inclinaison $\Phi = 10^\circ$, l'image obtenue contient une information cristallographique suffisante pour déterminer l'orientation du cristal. Un exemple de figure SACP est présenté en figure D.4. Les bandes de Kikuchi de bas indice sont reconnaissables, en accord avec l'orientation déjà connue du monocristal.

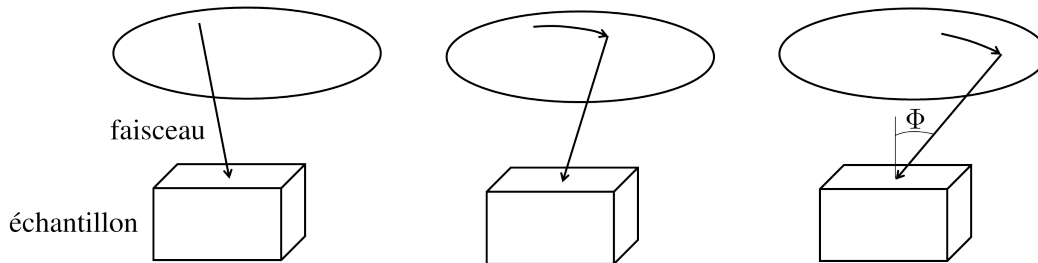


FIGURE D.3 – Mouvement du faisceau électronique dans une acquisition SACP. Le faisceau reste fixe sur l'échantillon ($\pm 10 \mu\text{m}$ généralement et $< 1 \mu\text{m}$ dans les conditions optimales [185]). L'angle Φ mesure l'inclinaison du faisceau par rapport à l'axe du faisceau.

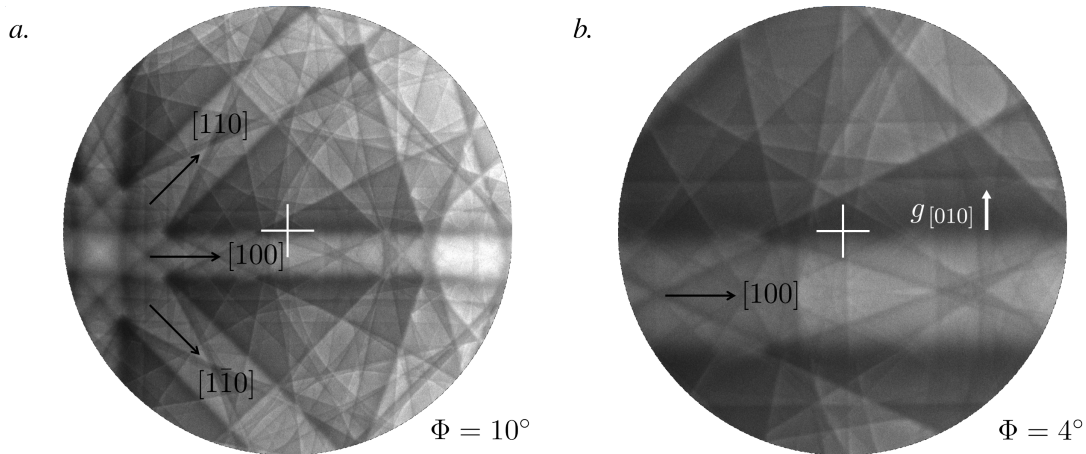


FIGURE D.4 – Figures SACP utilisées pour positionner le cristal en condition de deux ondes. *a.* Image réalisée avec une grande amplitude angulaire permettant de sélectionner le plan diffractant. *b.* Figure avec une grande résolution angulaire permettant d'ajuster la condition de deux ondes sur la bande. La croix blanche indique la position du faisceau en mode imagerie standard. Le vecteur diffraction \underline{g} est fixé lorsque la condition de deux ondes est atteinte.

La condition de deux ondes est atteinte lorsque la direction du faisceau en imagerie standard (située au centre de la figure SACP) est positionnée sur le bord d'une bande de Kikuchi, loin d'un axe de zone, dans une région où la bande d'intérêt n'intersecte pas d'autres bandes. Pour atteindre cette configuration, l'échantillon est tourné et incliné sous le faisceau. Il est nécessaire de positionner l'échantillon avec une incertitude angulaire inférieure à 0.1° . Une figure SACP plus résolue est donc utilisée pour amener précisément le bord de la bande au centre de l'image.

D.3 Conditions d'imagerie et validation des contrastes

Les images sont réalisées dans un microscope TESCAN MIRA3 avec une tension d'accélération de 30 kV et un courant de 0,5 nA. La distance de travail sélectionnée est 7 mm afin de maximiser l'angle solide collecté par le détecteur d'électrons rétrodiffusés. Dans cette configuration, l'encombrement de la chambre permet un tilt de l'échantillon d'environ 10° . Les images ECCI sont acquises avec un détecteur d'électrons rétrodiffusés de technologie YAG à fort rendement. Pour chaque image ECCI, une image en électrons secondaires est acquise simultanément comme le montre la figure D.5.

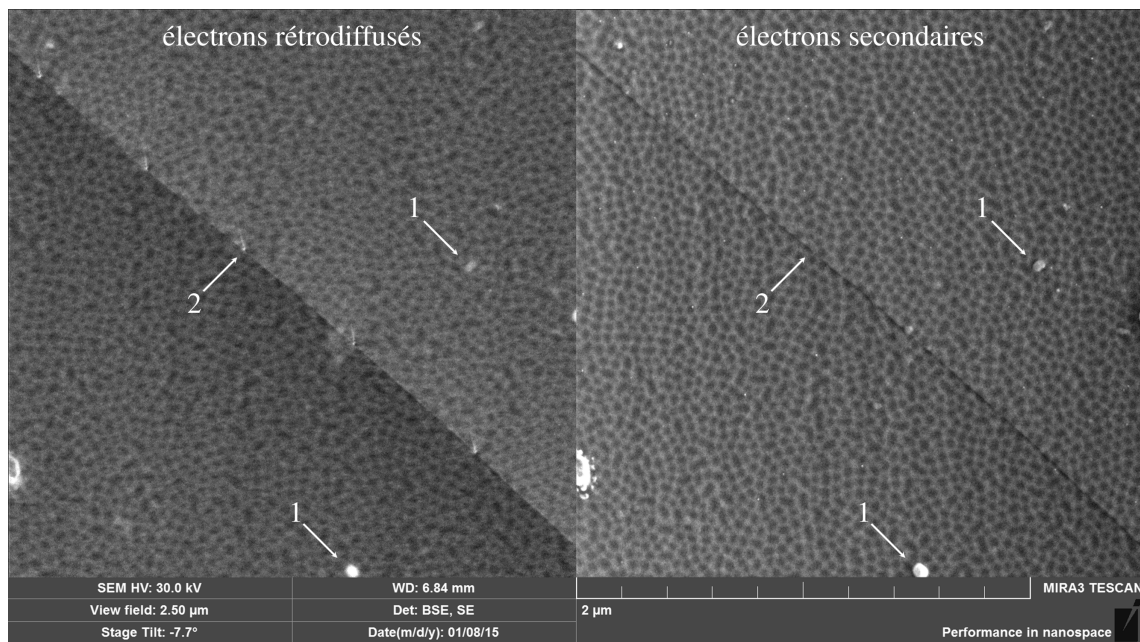


FIGURE D.5 – Observation simultanée du signal rétrodiffusé (à gauche) et secondaire (à droite) associée à une acquisition ECCI. Les contrastes observés dans les deux images proviennent de pollutions de surface (1-poussières). Les contrastes présents seulement dans l'image rétrodiffusée proviennent de défauts cristallins (2-dislocations).

Dans cette expérience, la surface de l'échantillon n'est pas optimisée pour une acquisition ECCI. Les observations ont été réalisées plusieurs années après la préparation de la surface, sur un échantillon initialement sollicité à l'air libre dans un environnement synchrotron. Des contrastes parasites sont observés dans les images, attribués à une pollution de surface (couche d'oxydes et poussières). Afin de s'assurer que les contrastes d'intérêts dans l'image ECCI proviennent bien du cristal en profondeur, une image en électrons secondaires est utilisée comme témoin.

Le signal secondaire provient des premiers nanomètres sous la surface. Il est donc très peu sensible au contraste de canalisation. Les éléments de l'image secondaire sont donc considérés comme provenant de pollutions de surface. Comme le montre la figure D.5, les contrastes attribués à des défauts cristallins sont absents de l'image de droite. L'origine du contraste de canalisation attribué aux dislocations présentes dans les traces de glissement est ainsi validé par cette approche.

Bilan

Quelques principes physiques sont présentés pour permettre l'interprétation des contrastes obtenus dans les images ECCI. Le positionnement de l'échantillon dans une condition de diffraction particulière est réalisé à l'aide du mode d'imagerie SACP dans le microscope. Les images sont acquises dans des conditions de deux ondes, caractérisées par un vecteur diffraction \mathbf{g} . Afin de s'assurer que le contraste observé provient bien d'un phénomène de canalisation, les images ECCI sont comparées à des images en électrons secondaires sensibles uniquement aux contrastes d'extrême surface.

Bibliographie

- [1] F. CATTANT : *Materials ageing in light water reactors – handbook of destructive assays*. Lavoisier, 2014.
- [2] E. HÉRIPRÉ : *Méthode de couplage multi-échelles entre simulations numériques polycristallines et mesures de champs pour l'identification des paramètres de lois de comportement et de fissuration des matériaux métalliques. Application à l'étude des alliages TiAl*. Thèse de doctorat, École Polytechnique, 2006.
- [3] F. ROTERS, P. EISENLOHR, L. HANTCHERLI, D. D. TJAHJANTO, T. R. BIELER et D. RAABE : Overview of constitutive laws, kinematics, homogenization and multiscale methods in crystal plasticity finite-element modeling : theory, experiments, applications. *Acta Materialia*, 58(4):1152–1211, 2010.
- [4] A. AL MAZOUZI, A. ALAMO, D. LIDBURY, D. MOINEREAU et S. VAN DYCK : PERFORM 60 : Prediction of the effects of radiation for reactor pressure vessel and in-core materials using multi-scale modelling – 60 years foreseen plant lifetime. *Nuclear Engineering and Design*, 241(9):3403–3415, 2011.
- [5] T. HOC, J. CRÉPIN, L. GÉLÉBART et A. ZAOUÏ : A procedure for identifying the plastic behavior of single crystals from the local response of polycrystals. *Acta Materialia*, 51(18): 5477–5488, 2003.
- [6] M. DEXET : *Méthode de couplage entre expérimentations et simulations numériques en vue de l'identification de lois de comportement intracristallin. Application aux alliages de zirconium*. Thèse de doctorat, École polytechnique, 2006.
- [7] A. GUERY : *Développement d'une méthode de corrélation d'images numériques adaptée aux mesures cinématiques dans les polycristaux : application à l'identification de paramètres de lois de plasticité cristalline*. Thèse de doctorat, ENS Cachan, 2014.
- [8] M. GRÉDIAC et F. HILD : *Mesures de champs et identification en mécanique des solides*. Lavoisier, 2011.
- [9] S. AVRIL, M. BONNET, A.-S. BRETTELLE, M. GRÉDIAC, F. HILD, P. IENNY, F. LATOURTE, D. LEMOSSE, S. PAGANO, E. PAGNACCO et F. PIERRON : Overview of identification methods of mechanical parameters based on full-field measurements. *Experimental Mechanics*, 48(4):381–402, 2008.
- [10] PROJET MICROSTRESS : Hétérogénéités du champ de contraintes à l'échelle du (sub)-micromètre dans les polycristaux élasto-plastiques. Projet de l'Agence nationale de la recherche, #ANR-11-BS09-030, <http://pimm.paris.ensam.fr/fr/node/2963>, 2011–2016.
- [11] S. VILLERT : *Analyse des déformations élastiques locales par la technique EBSD*. Thèse de doctorat, École nationale supérieure des mines de Saint-Étienne, 2008.

- [12] J. JIANG, T. B. BRITTON et A. J. WILKINSON : Mapping type III intragranular residual stress distributions in deformed copper polycrystals. *Acta Materialia*, 61(15):5895–5904, 2013.
- [13] K. R. MAGID, J. N. FLORANDO, D. H. LASSILA, M. M. LEBLANC, N. TAMURA et J. W. MORRIS JR : Mapping mesoscale heterogeneity in the plastic deformation of a copper single crystal. *Philosophical Magazine*, 89(1):77–107, 2009.
- [14] B. C. LARSON et L. E. LEVINE : Submicrometre-resolution polychromatic three-dimensional X-ray microscopy. *Journal of Applied Crystallography*, 46(1):153–164, 2013.
- [15] C. MAURICE, J. H. DRIVER et R. FORTUNIER : On solving the orientation gradient dependency of high angular resolution EBSD. *Ultramicroscopy*, 113:171–181, 2012.
- [16] F. HOFMANN, S. EVE, J. BELNOUE, J.-S. MICHA et A. M. KORSUNSKY : Analysis of strain error sources in micro-beam Laue diffraction. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 660(1):130–137, 2011.
- [17] A. POSHADEL, P. DAWSON et G. JOHNSON : Assessment of deviatoric lattice strain uncertainty for polychromatic X-ray microdiffraction experiments. *Journal of synchrotron radiation*, 19(2):237–244, 2012.
- [18] S. FOREST, M. AMESTOY, G. DAMAMME, S. KRUCH, V. MAUREL et M. MAZIÈRE : *Mécanique des milieux continus*. Cours Mines ParisTech, 2009-2010.
- [19] J. BESSON, G. CAILLETAUD, J.-L. CHABOCHE et S. FOREST : *Mécanique non linéaire des matériaux*, chapitre 2. Hermès Science Publications, 2001.
- [20] J. BESSON, G. CAILLETAUD, J.-L. CHABOCHE et S. FOREST : *Mécanique non linéaire des matériaux*, chapitre 6. Hermès Science Publications, 2001.
- [21] M. FIVEL et S. FOREST : Plasticité cristalline et transition d'échelle : cas du monocristal. *Techniques de l'ingénieur*, 2004.
- [22] R. QUEY : *Suivi de microtextures dans l'aluminium en grande déformation à chaud*. Thèse de doctorat, École nationale supérieure des mines de Saint-Étienne, 2009.
- [23] A. MORAWIEC : *Orientations and rotations*. Springer, 2003.
- [24] R. QUEY : Documentation de la librairie Orilib. <http://sourceforge.net/projects/orilib/>.
- [25] J. K. EDMISTON, J. V. BERNIER, N. R. BARTON et G. C. JOHNSON : Lattice refinement strategies. *Acta Crystallographica Section A*, 68, 2012.
- [26] C. GIACOVAZZO, H. L. MONACO, D. VITERBO, F. SCORDARI, G. GILLI, G. ZANOTTI et M. CATTI : *Fundamentals of crystallography (IUCr Texts on Crystallography No. 2.)*. International Union of Crystallography / Oxford University Press, 1993.
- [27] A. GUINIER : *Théorie et technique de la radio-cristallographie*, chapitre 1. Dunod Paris, 1956.
- [28] G. DAVEAU : *Interaction dislocations – joints de grains en déformation plastique monotone : étude expérimentale et modélisations numériques*. Thèse de doctorat, École centrale Paris, 2012.
- [29] O. ROBACH, J. S. MICHA, O. ULRICH, G. DAVEAU, B. DEVINCRE, T. HOC, V. CONSONNI, G. FEUILLET et J. PETIT : Analyse avancée des gradients d'orientation et des contraintes par microdiffraction Laue des rayons X. In P. GOUDEAU et R. GUINEBRETIÈRE, éditeurs : *Rayons X et Matière, RX2013*. Hermès, 2015.

- [30] F. CHARLOT et P. JONNARD : Les interactions électron – matière. In François BRISSET *et al.*, éditeurs : *Microscopie électronique à balayage et microanalyses*. EDP sciences, 2012.
- [31] S. ZAEFFERER : On the formation mechanisms, spatial resolution and intensity of backscatter kikuchi patterns. *Ultramicroscopy*, 107(2):254–266, 2007.
- [32] A. WINKELMANN : Dynamical simulation of electron backscatter diffraction patterns. In A. J. SCHWARTZ, M. KUMAR, B. L. ADAMS et D. P. FIELD, éditeurs : *Electron backscatter diffraction in materials science*, volume 2. Springer, 2009.
- [33] D. C. JOY, D. E. NEWBURY et D. L. DAVIDSON : Electron channeling patterns in the scanning electron microscope. *Journal of Applied Physics*, 53(8):81–122, 1982.
- [34] A. J. WILKINSON et P. B. HIRSCH : Electron diffraction based techniques in scanning electron microscopy of bulk materials. *Micron*, 28(4):279–308, 1997.
- [35] A. WINKELMANN et M. VOS : The role of localized recoil in the formation of kikuchi patterns. *Ultramicroscopy*, 125:66–71, 2013.
- [36] R. I. BARABASH, G. E. ICE, W. LIU et O. M. BARABASH : Polychromatic microdiffraction characterization of defect gradients in severely deformed materials. *Micron*, 40(1):28–36, 2009.
- [37] O. ULRICH, X. BIQUARD, P. BLEUET, O. GEAYMOND, P. GERGAUD, J. S. MICHA, O. ROBACH et F. RIEUTORD : A new white beam X-ray microdiffraction setup on the BM32 beamline at the european synchrotron radiation facility. *Review of Scientific Instruments*, 82(3):033908, 2011.
- [38] LAUETOOLS : Logiciel de traitement des données de microdiffraction Laue développé sur la ligne BM32 à l’ESRF par J. S. Micha et O. Robach. <http://sourceforge.net/projects/lauetools/>.
- [39] J. PETIT, O. CASTELNAU, M. BORNERT, F. G. ZHANG, F. HOFMANN, A. M. KORSUNSKY, D. FAURIE, C. LE BOURLOT, J. S. MICHA, O. ROBACH et O. ULRICH : Laue-DIC : a new method for improved stress field measurements at the micrometer scale. *Synchrotron Radiation*, 22(4), 2015.
- [40] I. NENNER, J. DOUCET et H. DEXPERT : Rayonnement synchrotron et applications. In *Techniques de l’ingénieur*.
- [41] R. I. BARABASH, G. E. ICE et J. W. L. PANG : Gradients of geometrically necessary dislocations from white beam microdiffraction. *Materials Science and Engineering : A*, 400:125–131, 2005.
- [42] G. E. ICE et J. W. L. PANG : Tutorial on X-ray microlaue diffraction. *Materials Characterization*, 60(11):1191–1201, 2009.
- [43] A. RICHARD : *Étude par diffraction des rayons X des déformations induites par irradiation/implantation d’ions dans le dioxyde d’uranium*. Thèse de doctorat, Université de Poitiers, 2012.
- [44] M. IBRAHIM : *Comportement micro-mécanique de polycristaux d’UO₂ : étude par implantation en hélium, micro-diffraction des rayons X et modélisation par éléments finis*. Thèse de doctorat, Université Paris-Est, 2015.
- [45] F. ZHANG : *Détermination du champ de contraintes dans les matériaux cristallins par microdiffraction Laue*. Thèse de doctorat, Arts et Métiers ParisTech, 2015.

- [46] V. K. GUPTA et S. R. AGNEW : Indexation and misorientation analysis of low-quality Laue diffraction patterns. *Journal of Applied Crystallography*, 42(1):116–124, 2009.
- [47] H. R. WENK, F. HEIDELBACH, D. CHATEIGNER et F. ZONTONE : Laue orientation imaging. *Journal of Synchrotron Radiation*, 4(2):95–101, 1997.
- [48] J.-S. CHUNG et G. E. ICE : Automated indexing for texture and strain measurement with broad-bandpass X-ray microbeams. *Journal of Applied Physics*, 86(9):5249–5255, 1999.
- [49] P. BANDYOPADHYAY et C. U. SEGRE : Mucal on the web. <http://www.csrii.iit.edu/periodic-table.html>.
- [50] B. C. LARSON, W. YANG, G. E. ICE, J. D. BUDAI et J. Z. TISCHLER : Three-dimensional X-ray structural microscopy with submicrometre resolution. *Nature*, 415(6874):887–890, 2002.
- [51] J.-B. MARIJON : *Mesures de contraintes en trois dimensions par microdiffraction Laue avec la technique DAXM (titre provisoire)*. Thèse de doctorat, Arts et Métiers ParisTech, 2016.
- [52] G. E. ICE, J.-S. CHUNG, W. LOWE, E. WILLIAMS et J. EDELMAN : Small-displacement monochromator for microdiffraction experiments. *Review of Scientific Instruments*, 71(5):2001–2006, 2000.
- [53] O. ROBACH, J.-S. MICHA, O. ULRICH et P. GERGAUD : Full local elastic strain tensor from Laue microdiffraction : simultaneous Laue pattern and spot energy measurement. *Applied Crystallography*, 44(4):688–696, 2011.
- [54] O. ROBACH, J.-S. MICHA, O. ULRICH, O. GEAYMOND, O. SICARDY, J. HARTWIG et F. RIEUTORD : A tunable multicolour "rainbow" filter for improved stress and dislocation density field mapping in polycrystals using X-ray Laue microdiffraction. *Acta Crystallographica Section A : Foundations of Crystallography*, 69(2):164–170, 2013.
- [55] N. TAMURA, R. S. CELESTRE, A. A. MACDOWELL, H. A. PADMORE, R. SPOLENAK, B. C. VALEK, N. M. CHANG, A. MANCEAU et J. R. PATEL : Submicron X-ray diffraction and its applications to problems in materials and environmental science. *Review of Scientific Instruments*, 73(3):1369–1372, 2002.
- [56] N. TAMURA, A. A. MACDOWELL, R. S. CELESTRE, H. A. PADMORE, B. VALEK, J. C. BRAVMAN, R. SPOLENAK, W. L. BROWN, T. MARIEB, H. FUJIMOTO, B. W. BATTERMAN et J. R. PATEL : High spatial resolution grain orientation and strain mapping in thin films using polychromatic submicron X-ray diffraction. *Applied Physics Letters*, 80(20):3724–3726, 2002.
- [57] R. SPOLENAK, W. L. BROWN, N. TAMURA, A. A. MACDOWELL, R. S. CELESTRE, H. A. PADMORE, B. VALEK, J. C. BRAVMAN, T. MARIEB, H. FUJIMOTO, B. W. BATTERMAN et J. R. PATEL : Local plasticity of Al thin films as revealed by X-ray microdiffraction. *Physical Review Letters*, 90(9):096102, 2003.
- [58] J. D. BUDAI, W. YANG, N. TAMURA, J.-S. CHUNG, J. Z. TISCHLER, B. C. LARSON, G. E. ICE, C. PARK et D. P. NORTON : X-ray microdiffraction study of growth modes and crystallographic tilts in oxide films on metal substrates. *Nature Materials*, 2(7):487–492, 2003.
- [59] N. TAMURA, H. A. PADMORE et J. R. PATEL : High spatial resolution stress measurements using synchrotron based scanning X-ray microdiffraction with white or monochromatic beam. *Materials Science and Engineering : A*, 399(1):92–98, 2005.

- [60] R. D. NYILAS, S. FRANK et R. SPOLENAK : Revealing plastic deformation mechanisms in polycrystalline thin films with synchrotron XRD. *JOM*, 62(12):44–51, 2010.
- [61] R. C. ROGAN, N. TAMURA, G. A. SWIFT et E. ÜSTÜNDAG : Direct measurement of triaxial strain fields around ferroelectric domains using X-ray microdiffraction. *Nature materials*, 2(6):379–381, 2003.
- [62] J. W. L. PANG, G. E. ICE et W. LIU : The role of crystal orientation and surface proximity in the self-similar behavior of deformed Cu single crystals. *Materials Science and Engineering : A*, 528(1):28–31, 2010.
- [63] C. KIRCHLECHNER, D. KIENER, C. MOTZ, S. LABAT, N. VAXELAIRE, O. PERROUD, J.-S. MICHA, O. ULRICH, O. THOMAS, G. DEHM et J. KECKES : Dislocation storage in single slip-oriented Cu micro-tensile samples : new insights via X-ray microdiffraction. *Philosophical Magazine*, 91(7-9):1256–1264, 2011.
- [64] R. I. BARABASH, G. E. ICE, M. KUMAR, J. ILAVSKY et J. BELAK : Polychromatic microdiffraction analysis of defect self-organization in shock deformed single crystals. *International Journal of Plasticity*, 25(11):2081–2093, 2009.
- [65] R. MAASS, D. GROLIMUND, S. VAN PETEGEM, M. WILLIMANN, M. JENSEN, H. VAN SWYGENHOVEN, T. LEHNERT, M. A. M. GIJS, C. A. VOLKERT, E. T. LILLEODDEN et R. SCHWAIGER : Defect structure in micropillars using X-ray microdiffraction. *Applied Physics Letters*, 89(15):151905, 2006.
- [66] R. MAASS, S. VAN PETEGEM, D. GROLIMUND, H. VAN SWYGENHOVEN et M. D. UCHIC : A strong micropillar containing a low angle grain boundary. *Applied Physics Letters*, 91(13):131909–131909, 2007.
- [67] R. MAASS, S. VAN PETEGEM, D. GROLIMUND, H. VAN SWYGENHOVEN, D. KIENER et G. DEHM : Crystal rotation in Cu single crystal micropillars : in situ Laue and electron backscatter diffraction. *Applied Physics Letters*, 92(7):071905, 2008.
- [68] R. MAASS, S. VAN PETEGEM, D. MA, J. ZIMMERMANN, D. GROLIMUND, F. ROTERS, H. VAN SWYGENHOVEN et D. RAABE : Smaller is stronger : the effect of strain hardening. *Acta Materialia*, 57(20):5996–6005, 2009.
- [69] J. ZIMMERMANN, S. VAN PETEGEM, H. BEI, D. GROLIMUND, E. P. GEORGE et H. VAN SWYGENHOVEN : Effects of focused ion beam milling and pre-straining on the microstructure of directionally solidified molybdenum pillars : a Laue diffraction analysis. *Scripta Materialia*, 62(10):746–749, 2010.
- [70] C. KIRCHLECHNER, J. KECKES, J.-S. MICHA et G. DEHM : In situ μ laue : instrumental setup for the deformation of micron sized samples. *Advanced Engineering Materials*, 13(8): 837–844, 2011.
- [71] C. LECLERE, T. W. CORNELIUS, Z. REN, A. DAVYDOK, J.-S. MICHA, O. ROBACH, G. RICHTER, L. BELLARD et O. THOMAS : In situ bending of an Au nanowire monitored by micro Laue diffraction. *Journal of Applied Crystallography*, 48(1):291–296, 2015.
- [72] T. OHASHI, R. I. BARABASH, J. W. L. PANG, G. E. ICE et O. M. BARABASH : X-ray microdiffraction and strain gradient crystal plasticity studies of geometrically necessary dislocations near a Ni bicrystal grain boundary. *International Journal of Plasticity*, 25(5): 920–941, 2009.

- [73] B. C. LARSON, W. YANG, J. Z. TISCHLER, G. E. ICE, J. D. BUDAI, W. LIU et H. WEILAND : Micron-resolution 3-D measurement of local orientations near a grain-boundary in plane-strained aluminum using X-ray microbeams. *International Journal of Plasticity*, 20(3):543–560, 2004.
- [74] J. W. L. PANG, W. LIU, J. D. BUDAI et G. E. ICE : Inhomogeneous deformation behavior in intercrystalline regions in polycrystalline Ni. *Acta Materialia*, 65:393–399, 2014.
- [75] H. D. JOO, J. S. KIM, K. H. KIM, N. TAMURA et Y. M. KOO : In situ synchrotron X-ray microdiffraction study of deformation behavior in polycrystalline coppers during uniaxial deformations. *Scripta Materialia*, 51(12):1183–1186, 2004.
- [76] Y. YANG, L. WANG, C. ZAMBALDI, P. EISENLOHR, R. I. BARABASH, W. LIU, M. R. STOUTT, M. A. CRIMP et T. R. BIELER : Characterization and modeling of heterogeneous deformation in commercial purity titanium. *JOM*, 63(9):66–73, 2011.
- [77] E.-W. HUANG, R. I. BARABASH, G. E. ICE, W. LIU, Y.-L. LIU, J.-J. KAI et P. K. LIAW : Cyclic-loading-induced accumulation of geometrically necessary dislocations near grain boundaries in an Ni-based superalloy. *JOM*, 61(12):53–58, 2009.
- [78] R. BARABASH, Y. GAO, Y. SUN, S. Y. LEE, H. CHOO, P. K. LIAW, D. W. BROWN et G. E. ICE : Neutron and X-ray diffraction studies and cohesive interface model of the fatigue crack deformation behavior. *Philosophical Magazine Letters*, 88(8):553–565, 2008.
- [79] J. VILLANOVA, C. MAURICE, J.-S. MICHA, P. BLEUET, O. SICARDY et R. FORTUNIER : Multiscale measurements of residual strains in a stabilized zirconia layer. *Journal of Applied Crystallography*, 45(5):926–935, 2012.
- [80] D. FERREIRA SANCHEZ, J. VILLANOVA, J. LAURENCIN, J.-S. MICHA, A. MONTANI, P. GERGAUD et P. BLEUET : X-ray micro Laue diffraction tomography analysis of a solid oxide fuel cell. *Journal of Applied Crystallography*, 48(2):0–0, 2015.
- [81] H.-S. ZHANG et K. KOMVOPOULOS : In situ synchrotron X-ray microdiffraction analysis of thermomechanically induced phase transformations in Cu–Al–Ni shape-memory alloy. *Philosophical Magazine*, 90(16):2235–2248, 2010.
- [82] J. CHAO, M. L. S. FULLER, N. SHERRY, J. QIN, N. S. MCINTYRE, J. ULAGANATHAN, A. G. CARCEA, R. C. NEWMAN, M. KUNZ et N. TAMURA : Plastic and elastic strains in short and long cracks in Alloy 600 studied by polychromatic X-ray microdiffraction and electron backscatter diffraction. *Acta Materialia*, 60(15):5508–5515, 2012.
- [83] L. E. LEVINE, B. C. LARSON, W. YANG, M. E. KASSNER, J. Z. TISCHLER, M. A. DELOS-REYES, R. J. FIELDS et W. LIU : X-ray microbeam measurements of individual dislocation cell elastic strains in deformed single-crystal copper. *Nature Materials*, 5(8):619–622, 2006.
- [84] H. MUGHRABI et T. UNGÁR : X-ray diffraction : close up on crystal plasticity. *Nature Materials*, 5(8):601–602, 2006.
- [85] J. PETIT, M. BORNERT, F. HOFMANN, O. ROBACH, J. S. MICHA, O. ULRICH, C. LE BOURLOT, D. FAURIE, A. M. KORSUNSKY et O. CASTELNAU : Combining Laue microdiffraction and digital image correlation for improved measurements of the elastic strain field with micrometer spatial resolution. *Procedia IUTAM*, 4:133–143, 2012.
- [86] Groupement national de microscopie électronique à balayage et de microanalyses sous la coordination de J.-L. POUCHOU : *L'analyse EBSD : principes et applications*. EDP Sciences, 2004.

-
- [87] A. J. SCHWARTZ, M. KUMAR, B. L. ADAMS et D. P. FIELD : *Electron backscatter diffraction in materials science*. Springer, dixième édition, 2009.
- [88] D. DROUIN, A. R. COUTURE, D. JOLY, X. TASTET, V. AIMEZ et R. GAUVIN : CASINO V2.42 — A fast and easy-to-use modeling tool for scanning electron microscopy and microanalysis users. *Scanning*, 29(3):92–101, 2007.
- [89] J. A. SMALL, J. R. MICHAEL et D. S. BRIGHT : Improving the quality of electron backscatter diffraction (EBSD) patterns from nanoparticles. *Journal of Microscopy*, 206(2):170–178, 2002.
- [90] D. DINGLEY : Progressive steps in the development of electron backscatter diffraction and orientation imaging microscopy. *Journal of Microscopy*, 213(3):214–224, 2004.
- [91] A. DEAL, T. HOOGHAN et A. EADES : Energy-filtered electron backscatter diffraction. *Ultramicroscopy*, 108(2):116–125, 2008.
- [92] N. C. KRIEGER LASSEN : Automatic high-precision measurements of the location and width of kikuchi bands in electron backscatter diffraction patterns. *Journal of Microscopy*, 190(3):375–391, 1998.
- [93] F. RAM, S. ZAEFFERER et D. RAABE : Kikuchi bandlet method for the accurate deconvolution and localization of kikuchi bands in kikuchi diffraction patterns. *Journal of Applied Crystallography*, 47(1):264–275, 2014.
- [94] C. MAURICE et R. FORTUNIER : A 3D Hough transform for indexing EBSD and Kossel patterns. *Journal of Microscopy*, 230(3):520–529, 2008.
- [95] J. KACHER, C. LANDON, B. L. ADAMS et D. FULLWOOD : Bragg’s law diffraction simulations for electron backscatter diffraction analysis. *Ultramicroscopy*, 109(9):1148–1156, 2009.
- [96] J. KACHER, J. BASINGER, B. L. ADAMS et D. T. FULLWOOD : Reply to comment by Maurice et al. in response to “Bragg’s law diffraction simulations for electron backscatter diffraction analysis”. *Ultramicroscopy*, 110(7):760–762, 2010.
- [97] J. BASINGER, D. FULLWOOD, J. KACHER et B. ADAMS : Pattern center determination in electron backscatter diffraction microscopy. *Microscopy and Microanalysis*, 17(03):330–340, 2011.
- [98] T. B. BRITTON, C. MAURICE, R. FORTUNIER, J. H. DRIVER, A. P. DAY, G. MEADEN, D. J. DINGLEY, K. MINGARD et A. J. WILKINSON : Factors affecting the accuracy of high resolution electron backscatter diffraction when using simulated patterns. *Ultramicroscopy*, 110(12):1443–1453, 2010.
- [99] C. MAURICE, R. FORTUNIER, J. DRIVER, A. DAY, K. MINGARD et G. MEADEN : Comments on the paper “Bragg’s law diffraction simulations for electron backscatter diffraction analysis” by Josh Kacher, Colin Landon, Brent L. Adams & David Fullwood. *Ultramicroscopy*, 110(7):758–759, 2010.
- [100] J. ALKORTA : Limits of simulation based high resolution EBSD. *Ultramicroscopy*, 131:33–38, 2013.
- [101] K. MINGARD, A. DAY, C. MAURICE et P. QUESTED : Towards high accuracy calibration of electron backscatter diffraction systems. *Ultramicroscopy*, 111(5):320–329, 2011.
- [102] C. MAURICE, K. DZIECIOL et R. FORTUNIER : A method for accurate localisation of EBSD pattern centres. *Ultramicroscopy*, 111(2):140–148, 2011.

- [103] C. MAURICE, R. QUEY, R. FORTUNIER et J. H. DRIVER : High angular resolution EBSD and its materials applications. *Microstructural Design of Advanced Engineering Materials*, pages 339–365, 2013.
- [104] K. Z. TROOST, P. Van der SLUIS et D. J. GRAVESTIJN : Microscale elastic-strain determination by backscatter Kikuchi diffraction in the scanning electron microscope. *Applied Physics Letters*, 62(10):1110–1112, 1993.
- [105] A. J. WILKINSON : A new method for determining small misorientations from electron back scatter diffraction patterns. *Scripta Materialia*, 44(10):2379–2385, 2001.
- [106] C. TRAGER-COWAN, F. SWEENEY, A. J. WILKINSON, I. M. WATSON, P. G. MIDDLETON, K. P. O'DONNELL, D. ZUBIA, S. D. HERSEE, S. EINFELDT et D. HOMMEL : Determination of the structural and luminescence properties of nitrides using electron backscattered diffraction and photo-and cathodoluminescence. *Physica Status Solidi (C)*, (1):532–536, 2003.
- [107] P. S. BATE, R. D. KNUTSEN, I. BROUGH et F. J. HUMPHREYS : The characterization of low-angle boundaries by EBSD. *Journal of Microscopy*, 220(1):36–46, 2005.
- [108] A. J. WILKINSON : Measurement of elastic strains and small lattice rotations using electron back scatter diffraction. *Ultramicroscopy*, 62(4):237–247, 1996.
- [109] A. J. WILKINSON, G. MEADEN et D. J. DINGLEY : High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns : new levels of sensitivity. *Ultramicroscopy*, 106(4):307–313, 2006.
- [110] A. J. WILKINSON, G. MEADEN et D. J. DINGLEY : High resolution mapping of strains and rotations using electron backscatter diffraction. *Materials Science and Technology*, 22(11):1271–1278, 2006.
- [111] S. VILLERT, C. MAURICE, C. WYON et R. FORTUNIER : Accuracy assessment of elastic strain measurement by EBSD. *Journal of Microscopy*, 233(2):290–301, 2009.
- [112] T. B. BRITTON et A. J. WILKINSON : High resolution electron backscatter diffraction measurements of elastic strain variations in the presence of larger lattice rotations. *Ultramicroscopy*, 114:82–95, 2012.
- [113] G. NOLZE : Image distortions in SEM and their influences on EBSD measurements. *Ultramicroscopy*, 107(2):172–183, 2007.
- [114] F. J. HUMPHREYS, Y. HUANG, I. BROUGH et C. HARRIS : Electron backscatter diffraction of grain and subgrain structures – resolution considerations. *Journal of Microscopy*, 195(3):212–216, 1999.
- [115] V. TONG, J. JIANG, A. J. WILKINSON et T. B. BRITTON : The effect of pattern overlap on the accuracy of high resolution electron backscatter diffraction measurements. *Ultramicroscopy*, 155:62–73, 2015.
- [116] T. B. BRITTON, J. JIANG, R. CLOUGH, E. TARLETON, A. I. KIRKLAND et A. J. WILKINSON : Assessing the precision of strain measurements using electron backscatter diffraction – part 1 : detector assessment. *Ultramicroscopy*, 135:126–135, 2013.
- [117] M. D. VAUDIN, W. A. OSBORN, L. H. FRIEDMAN, J. M. GORHAM, V. VARTANIAN et R. F. COOK : Designing a standard for strain mapping : HR-EBSD analysis of SiGe thin film structures on Si. *Ultramicroscopy*, 148:94–104, 2015.

- [118] A. J. WILKINSON, G. MEADEN et D. J. DINGLEY : Mapping strains at the nanoscale using electron back scatter diffraction. *Superlattices and Microstructures*, 45(4):285–294, 2009.
- [119] M. D. VAUDIN, Y. B. GERBIG, S. J. STRANICK et R. F. COOK : Comparison of nanoscale measurements of strain and stress using electron back scattered diffraction and confocal raman microscopy. *Applied Physics Letters*, 93(19):193116, 2008.
- [120] T. B. BRITTON, J. JIANG, R. CLOUGH, E. TARLETON, A. I. KIRKLAND et A. J. WILKINSON : Assessing the precision of strain measurements using electron backscatter diffraction – part 2 : Experimental demonstration. *Ultramicroscopy*, 135:136–141, 2013.
- [121] M. NACKE, M. ALLARDT, P. CHEKHONIN, E. HIECKMANN, W. SKROTZKI et J. WEBER : Investigations on residual strains and the cathodoluminescence and electron beam induced current signal of grain boundaries in silicon. *Journal of Applied Physics*, 115(16):163511, 2014.
- [122] M. D. VAUDIN, G. STAN, Y. B. GERBIG et R. F. COOK : High resolution surface morphology measurements using EBSD cross-correlation techniques and AFM. *Ultramicroscopy*, 111(8):1206–1213, 2011.
- [123] J. A. HOWELL, M. D. VAUDIN et R. F. COOK : Orientation, stress, and strain in an (001) barium titanate single crystal with 90° lamellar domains determined using electron backscatter diffraction. *Journal of Materials Science*, 49(5):2213–2224, 2014.
- [124] X. MAEDER, W. M. MOOK, C. NIEDERBERGER et J. MICHLER : Quantitative stress/strain mapping during micropillar compression. *Philosophical Magazine*, 91(7-9):1097–1107, 2011.
- [125] A. J. WILKINSON et D. RANDMAN : Determination of elastic strain fields and geometrically necessary dislocation distributions near nanoindents using electron backscatter diffraction. *Philosophical Magazine*, 90(9):1159–1177, 2010.
- [126] T. J. RUGGLES et D. T. FULLWOOD : Estimations of bulk geometrically necessary dislocation density using high resolution EBSD. *Ultramicroscopy*, 133:8–15, 2013.
- [127] T. J. HARDIN, B. L. ADAMS, D. T. FULLWOOD, R. H. WAGONER et E. R. HOMER : Estimation of the full Nye’s tensor and its gradients by micro-mechanical stereo-inference using EBSD dislocation microscopy. *International Journal of Plasticity*, 50:146–157, 2013.
- [128] A. J. WILKINSON, E. E. CLARKE, T. B. BRITTON, P. LITTLEWOOD et P. S. KARAMCHED : High-resolution electron backscatter diffraction : an emerging tool for studying local deformation. *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, 45(5):365–376, 2010.
- [129] T. B. BRITTON, S. BIROSCA, M. PREUSS et A. J. WILKINSON : Electron backscatter diffraction study of dislocation content of a macrozone in hot-rolled Ti–6Al–4V alloy. *Scripta Materialia*, 62(9):639–642, 2010.
- [130] P. D. LITTLEWOOD et A. J. WILKINSON : Geometrically necessary dislocation density distributions in cyclically deformed Ti–6Al–4V. *Acta Materialia*, 60(15):5516–5525, 2012.
- [131] T. B. BRITTON et A. J. WILKINSON : Stress fields and geometrically necessary dislocation density distributions near the head of a blocked slip band. *Acta Materialia*, 60(16):5773–5782, 2012.
- [132] Y. GUO, T. B. BRITTON et A. J. WILKINSON : Slip band–grain boundary interactions in commercial-purity titanium. *Acta Materialia*, 76:1–12, 2014.

- [133] P. S. KARAMCHED et A. J. WILKINSON : High resolution electron back-scatter diffraction analysis of thermally and mechanically induced strains near carbide inclusions in a superalloy. *Acta Materialia*, 59(1):263–272, 2011.
- [134] T. B. BRITTON et A. J. WILKINSON : Measurement of residual elastic strain and lattice rotations with high resolution electron backscatter diffraction. *Ultramicroscopy*, 111(8): 1395–1404, 2011.
- [135] J. JIANG, T. B. BRITTON et A. J. WILKINSON : The orientation and strain dependence of dislocation structure evolution in monotonically deformed polycrystalline copper. *International Journal of Plasticity*, 69:102–117, 2015.
- [136] J. D. MURPHY, A. J. WILKINSON et S. G. ROBERTS : Characterisation of plastic zones around crack-tips in pure single-crystal tungsten using electron backscatter diffraction. In *IOP Conference Series : Materials Science and Engineering*, volume 3, page 012015. IOP Publishing, 2009.
- [137] G. MIYAMOTO, A. SHIBATA, T. MAKI et T. FURUHARA : Precise measurement of strain accommodation in austenite matrix surrounding martensite in ferrous alloys by electron backscatter diffraction analysis. *Acta Materialia*, 57(4):1120–1131, 2009.
- [138] C. J. GARDNER, B. L. ADAMS, J. BASINGER et D. T. FULLWOOD : EBSD-based continuum dislocation microscopy. *International Journal of Plasticity*, 26(8):1234–1247, 2010.
- [139] S. R. NIEZGODA, R. J. MCCABE et C. N. TOMÉ : Quantification of strain and orientation measurement error in cross-correlation EBSD in hexagonal close-packed materials. *Scripta Materialia*, 67(10):818–821, 2012.
- [140] M. OJIMA, Y. ADACHI, S. SUZUKI et Y. TOMOTA : Stress partitioning behavior in an FCC alloy evaluated by the in situ/ex situ EBSD-Wilkinson method. *Acta Materialia*, 59(10): 4177–4185, 2011.
- [141] T. ZHANG, D. M. COLLINS, F. P. E. DUNNE et B. A. SHOLLOCK : Crystal plasticity and high-resolution electron backscatter diffraction analysis of full-field polycrystal Ni superalloy strains and rotations under thermal loading. *Acta Materialia*, 80:25–38, 2014.
- [142] M. E. KARTAL, F. P. E. DUNNE et A. J. WILKINSON : Determination of the complete microscale residual stress tensor at a subsurface carbide particle in a single-crystal superalloy from free-surface EBSD. *Acta Materialia*, 60(13):5300–5310, 2012.
- [143] M. E. KARTAL, R. KIWANUKA et F. P. E. DUNNE : Determination of sub-surface stresses at inclusions in single crystal superalloy using HR-EBSD, crystal plasticity and inverse eigenstrain analysis. *International Journal of Solids and Structures*, 2015.
- [144] STRAINCORRELATOR : Logiciel de traitement des données HR-EBSD développé à l'École des mines de Saint-Étienne par C. Maurice. Contact : claire.maurice@mines-stetienne.fr.
- [145] P. LACOMBE, B. BAROUX et G. BERANGER : *Les aciers inoxydables*. Les Éditions de Physique, 1990.
- [146] P. LACOMBE et G. BÉRANGER : Structures et diagrammes d'équilibre des diverses nuances d'aciers inoxydables : conséquences sur leurs traitements thermiques. In P. LACOMBE, B. BAROUX et G. BERANGER, éditeurs : *Les aciers inoxydables*. Les Éditions de Physique, 1990.
- [147] P.-J. CUNAT : Aciers inoxydables – critères de choix et structure. *Techniques de l'ingénieur*, 2000.

- [148] B. BAROUX, C. LEMAITRE et F. DABOSI : Corrosion par piqûres et corrosion caverneuse. In P. LACOMBE, B. BAROUX et G. BERANGER, éditeurs : *Les aciers inoxydables*. Les Éditions de Physique, 1990.
- [149] F.H. KEATING : *Chromium nickel austenitic steels*. Butterworth's Scientific Publications, 1956.
- [150] A. GARCIA : *Caractérisation microstructurale d'aciers inoxydables austénitiques de type AISI 304L sollicités en fatigue*. Thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Grenoble, 2009.
- [151] A.L. SCHAEFFLER : Constitution diagram for stainless steel weld metal. *Metal Progress*, 56, 1949.
- [152] L. TRIBOUILLOY et F. VAILLANT : Étude de la propagation par corrosion sous contrainte des aciers inoxydables austénitiques écrouis en milieu primaire de REP : vers un modèle d'amorçage. Rapport technique, Note EDF H-T29-2007-03153-FR, 2008.
- [153] J. Y. BOOS, B. DUQUAIRE, F. FAURE, F. LEROY, C. RANSON et J. RIEU : Préparation par solidification contrôlée en nacelle horizontale de mono et bicristaux métalliques orientés. *Mémoires Scientifiques de la Revue de la Métallurgie*, 6:443, 1971.
- [154] A. CHAMBREUIL-PARET : *Corrosion sous contrainte de mono et polycristaux d'aciers inoxydables austénitiques en milieu MgCl₂ : analyse microfractographique et recherche d'améliorations du comportement*. Thèse de doctorat, École nationale supérieure des mines de Saint-Étienne / Institut polytechnique de Grenoble, 1997.
- [155] D. LOISNARD, L. LEGRAS et J. STODOLNA : Évaluation de la densité de dislocation présente dans un monocristal d'acier austénitique. Rapport technique, EDF R&D, Prestation ME-15.13.1848, 2015.
- [156] P. B. HIRSCH, A. HOWIE, R. B. NICHOLSON, D. W. PASHLEY et M. J. WHELAN : Electron microscopy of thin crystals. *London : Butterworths*, page 496, 1965.
- [157] H. M. LEDBETTER : Predicted single-crystal elastic constants of stainless-steel 316. *British Journal of NDT*, pages 286–287, 1981.
- [158] A. GUERY, F. LATOURTE, F. HILD et S. ROUX : Characterization of SEM speckle pattern marking and imaging distortion by digital image correlation. *Measurement Science and Technology*, 25(1):015401, 2014.
- [159] B. THOMAS et G. HENRY : Structures et métallographie des aciers inoxydables. In P. LACOMBE, B. BAROUX et G. BERANGER, éditeurs : *Les aciers inoxydables*. Les Éditions de Physique, 1990.
- [160] F.B. PICKERING : *Physical metallurgy and the design of steels*. Applied Science Publishers, London, 1979.
- [161] D. FRANÇOIS, A. PINEAU et A. ZAOUI : *Mechanical behaviour of materials. Volume 1 : micro and macroscopic constitutive behaviour*. Springer, 2012.
- [162] J.W. CHRISTIAN et S. MAHAJAN : Deformation twinning. *Progress in Materials Science*, 39, 1995.
- [163] X. FEAUGAS : On the origin of the tensile flow stress in the stainless steel AISI 316L at 300K : back stress and effective stress. *Acta Metallurgica*, 47, 1999.

- [164] Y. GIROIR et C. GIRAL : Rapport de projet de fin d'études : banc de flexion quatre points. Rapport technique, Arts et Métiers ParisTech, 2013.
- [165] J. P. BOEHLER et A. SAWCZUK : On yielding of oriented solids. *Acta Mechanica*, 27(1-4):185–204, 1977.
- [166] F. HOFMANN, B. ABBEY, W. LIU, R. XU, B. F. USHER, E. BALAUR et Y. LIU : X-ray micro-beam characterization of lattice rotations and distortions due to an individual dislocation. *Nature Communications*, 4, 2013.
- [167] D. HULL et D. J. BACON : *Introduction to dislocations*. Elsevier, cinquième édition, 2011.
- [168] G. MONNET : A crystalline plasticity law for austenitic stainless steels. Rapport technique, EDF R&D, H-B60-2008-04690-EN, 2009.
- [169] CODE_ASTER : Code éléments finis développé par EDF. <http://www.code-aster.org>.
- [170] N. RUPIN, J. M. PROIX et F. LATOURTE : Implementation of a new constitutive law based on dislocation dynamics for FCC materials. Rapport technique, EDF R&D, H-T24-2010-01128-EN, 2011.
- [171] F. LATOURTE et J. M. PROIX : Simulation of the tensile response of an austenitic polycrystalline material using a physically based crystal plasticity law. Rapport technique, EDF R&D, H-T24-2012-01290-EN, 2015.
- [172] U. F. KOCKS et H. MECKING : Physics and phenomenology of strain hardening : the FCC case. *Progress in Materials Science*, 48(3):171–273, 2003.
- [173] P. FRANCIOSI : The concepts of latent hardening and strain hardening in metallic single crystals. *Acta Metallurgica*, 33(9):1601–1612, 1985.
- [174] L. KUBIN, B. DEVINCRE et T. HOC : Modeling dislocation storage rates and mean free paths in face-centered cubic crystals. *Acta Materialia*, 56(20):6040–6049, 2008.
- [175] D. KIENER, C. MOTZ, G. DEHM et R. PIPPAN : Overview on established and novel FIB based miniaturized mechanical testing using in-situ SEM. *International Journal of Materials Research*, 100(8):1074–1087, 2009.
- [176] G. MONNET et M. A. POUCHON : Determination of the critical resolved shear stress and the friction stress in austenitic stainless steels by compression of pillars extracted from single grains. *Materials Letters*, 98:128–130, 2013.
- [177] K. OKAMOTO, A. YOSHINARI, J. KANEDA, Y. AONO et T. KATO : Production and property evaluation of single crystal austenitic stainless steels. *Materials Transactions, JIM*, 41(7): 806–814, 2000.
- [178] A. K. KANJARLA, R. A. LEBENSOHN, L. BALOGH et C. N. TOMÉ : Study of internal lattice strain distributions in stainless steel using a full-field elasto-viscoplastic formulation based on fast fourier transforms. *Acta Materialia*, 60(6):3094–3106, 2012.
- [179] M. A. SUTTON, N. LI, D. C. JOY, A. P. REYNOLDS et X. LI : Scanning electron microscopy for quantitative small and large deformation measurements part I : SEM imaging at magnifications from 200 to 10,000. *Experimental Mechanics*, 47(6):775–787, 2007.
- [180] S. DJAZIRI, D. FAURIE, P.-O. RENAULT, E. LE BOURHIS, Ph. GOUDEAU, G. GEANDIER et D. THIAUDIÈRE : Yield surface of polycrystalline thin films as revealed by non-equibiaxial loadings at small deformation. *Acta Materialia*, 61(13):5067–5077, 2013.

- [181] C. MAURICE, E. PLANCHER et H. KLÖCKER : A novel finite strain framework for HR-EBSD. RMS annual meeting on EBSD : “EBSD 2014”, London, 2014.
- [182] VIM : *Vocabulaire international de métrologie – concepts fondamentaux et généraux et termes associés*. JCGM (Comité commun pour les guides en métrologie), <http://www.bipm.org/fr/publications/guides/vim.html>, troisième édition, 2012.
- [183] H. OUDIN : Introduction à la plasticité. Cours de l’École centrale de Nantes, France, 2009.
- [184] S. ZAEFFERER et N.-N. ELHAMI : Theory and application of electron channelling contrast imaging under controlled diffraction conditions. *Acta Materialia*, 75:20–50, 2014.
- [185] J. GUYON, H. MANSOUR, N. GEY, M. A. CRIMP, S. CHALAL et N. MALOUFI : Sub-micron resolution selected area electron channeling patterns. *Ultramicroscopy*, 149:34–44, 2015.

Bibliographie

MESURES DE CHAMPS DE DÉFORMATIONS ÉLASTIQUE ET TOTALE POUR LA DÉTERMINATION DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE LOCAL DE MATÉRIAUX CRISTALLINS.

RÉSUMÉ : La connaissance du comportement mécanique à l'échelle du micron est déterminante pour arriver à prédire la dégradation des matériaux. Dans le cas des polycristaux, les lois de plasticité cristalline sont généralement utilisées pour décrire le comportement d'un grain. Ces lois possèdent de nombreux paramètres qui doivent être ajustés à l'état métallurgique et mécanique du matériau.

Le travail rapporté ici explore une manière originale d'identifier ces paramètres à partir du comportement observé expérimentalement à l'échelle microscopique, sans recourir à un maillage éléments finis. Cette observation est réalisée en couplant (i) une évaluation du champ de contrainte locale par les techniques de microdiffraction Laue et d'EBSD à haute résolution angulaire et (ii) la mesure du champ de déformation totale par corrélation d'images numériques.

Afin de garantir la fiabilité des résultats, la justesse des mesures par microdiffraction Laue (Laue-DIC) et HR-EBSD est évaluée, pour la première fois, dans un matériau plastifié à moins de 0,5% de déformation. Les champs de déformation et de contrainte sont ensuite déterminés simultanément en surface d'une éprouvette monocristalline, sollicitée in-situ en flexion quatre points. Le comportement local est ainsi mesuré puis utilisé pour identifier deux paramètres d'une loi de plasticité cristalline, dans un acier austénitique monocristallin de type 316L.

Mots clés : plasticité cristalline, mesure de champs, contraintes, rayonnement synchrotron, microdiffraction Laue, Laue-DIC, microscopie électronique, HR-EBSD, corrélation d'images.

FULL FIELD MEASUREMENTS OF ELASTIC AND TOTAL STRAINS FOR THE DETERMINATION OF THE LOCAL BEHAVIOUR IN POLYCRYSTALS

ABSTRACT: The prediction of damage occurring in metallic materials is dependent on the knowledge of the mechanical behavior at a micron scale. Crystal plasticity laws are often used to describe the behavior of a single grain in polycrystals. Such laws include many parameters which should be tuned according to the metallurgical and mechanical state of the material.

An original way to identify these parameters is presented in this work. The local constitutive behavior is measured at the local scale. It is used to adjust the parameters' value on a single point calculation without the need for a finite element mesh. To observe the local behavior two types of full field measurements are carried out: (i) stress measurements using diffraction-based Laue microdiffraction and high angular resolution EBSD – HR-EBSD – and (ii) strain measurements by digital image correlation.

To ensure trustworthy results, the accuracy of Laue microdiffraction (Laue-DIC) and HR-EBSD measurements are determined for the first time in a plastically deformed material. Then, stress and strain fields are monitored at the surface of a single crystal bent in-situ in the low deformation regime (0.5%). The local behavior is determined and used to identify two parameters of a crystal plasticity law, in a 316L stainless steel single crystal.

Keywords : crystal plasticity, full field measurements, stress, synchrotron radiation, Laue-DIC, Laue microdiffraction, scanning electron microscopy, HR-EBSD, digital image correlation.

